

# BEST AVAILABLE COPY

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 11228343 A

(43) Date of publication of application: 24 . 08 . 99

(51) Int. Cl      **A61K 7/00**  
**A61K 47/06**  
**// A61K 7/025**  
**A61K 7/035**  
**A61K 7/42**

(21) Application number: 10055853

(71) Applicant: KOSE CORP

(22) Date of filing: 20 . 02 . 98

(72) Inventor: YAKUTA YUMIKO

(54) SOLID OIL-IN-WATER TYPE COSMETIC

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject cosmetic that has excellent filling and forming properties into the vessel with high stability with the lapse of time and gives good refrigerant and moistening senses by using a specific organopolysiloxane, a volatile silicone oil, a solid oil and aqueous components.

SOLUTION: The objective cosmetic comprises (A) 0.05-10 wt.% of a long-chain alkyl group-containing polyoxyalkylene-modified organopolysiloxane, (B) 5-60 wt.% of volatile silicone oil, (C) 0.05-30 wt.% of a solid oil, (D) 5-70 wt.% of aqueous components, (E) when

necessary, a moisture vaporization suppressor, for example, inorganic salts, water-soluble polymers, organic acid (or their salts), amino acids (or their salts), polyethylene glycol and saccharides. In a preferred embodiment, the component A is a compound of the formula:  $R^{1a}R^{2b}R^{3c}SiO_{(4-a-b-c)/2}$  [ $R^1$  is H, an aryl or the like;  $R^2$  is  $-CH_mH_{2m}-O-(C_2H_4O)_d-(C_3H_6)_e-R^4$  ( $m$  is 1-5;  $d$  and  $e$  are each  $\geq 0$  where  $d+e\leq 1-200$ ;  $R^4$  is a 1-5C monovalent hydrocarbon or the like);  $R^3$  is a 10-30C monovalent hydrocarbon and the like;  $1.0\leq a\leq 2.5$ ;  $0.001\leq b$ ;  $c\leq 1.5$ ].

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

# PTO 2002-2605

S.T.I.C. Translations Branch

(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-228343

(43)公開日 平成11年(1999)8月24日

(51)Int.Cl.<sup>\*</sup>  
A 61 K 7/00

識別記号

F I  
A 61 K 7/00

N  
J

47/06  
// A 61 K 7/025  
7/035

47/06  
7/025  
7/035

B

審査請求 未請求 請求項の数4 FD (全11頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平10-55853

(71)出願人 000145862  
株式会社コーセー

(22)出願日 平成10年(1998)2月20日

東京都中央区日本橋3丁目6番2号

(72)発明者 役田 由美子  
東京都北区栄町48番18号 株式会社コーセー  
一研究所

(54)【発明の名称】 固形状油中水型化粧料

(57)【要約】

【課題】コンパクト容器や金皿、スティック容器や中皿等に充填する時に、油分の不均一化や、水の蒸発が抑制されることにより、充填成形性と経時安定性に優れ、更には、肌へ塗布した時に、清涼感と潤い感が良好で、塗布後の化粧持続性も良好である固形状油中水型化粧料に関する。

【解決手段】長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン、揮発性シリコーン油、固形油、水性成分を含有することを特徴とする固形状油中水型化粧料。

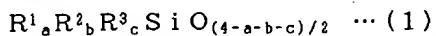
## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 次の(a)～(d)成分：

- (a) 長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン
- (b) 振発性シリコーン油
- (c) 固形油
- (d) 水性成分

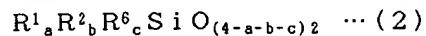
を含有することを特徴とする固形状油中水型化粧料。

【請求項2】 前記(a)成分の長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンが下記一般式(1)



[式中、R<sup>1</sup>は同一又は異なってもよく、炭素数1～10のアルキル基、水素原子、アリール基、アラルキル基、フッ素置換アルキル基を示し、R<sup>2</sup>は-C<sub>m</sub>H<sub>2n</sub>-O-(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>d</sub>-(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>e</sub>-R<sup>4</sup>で示される基  
(式中、mは1～5の整数、d、eは0以上の整数、且つ、d+e≥1～200であり、R<sup>4</sup>は水素原子若しくは炭素数1～5の一価炭化水素基又はR<sup>5</sup>-(CO)-で示される有機基、R<sup>5</sup>は炭素数1～5の一価炭化水素基)であり、R<sup>3</sup>は炭素数10～30の一価炭化水素基であり、a、b、cはそれぞれ1.0≤a≤2.5、0.001≤b≤1.5、0.001≤c≤1.5である。]で表されるシリコーン化合物であることを特徴とする請求項1記載の固形状油中水型化粧料。

【請求項3】 前記(b)成分の長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンが下記一般式(2)



[式中、R<sup>1</sup>は同一又は異なってもよく、炭素数1～10のアルキル基、水素原子、アリール基、アラルキル基、フッ素置換アルキル基を示し、R<sup>2</sup>は-C<sub>m</sub>H<sub>2n</sub>-O-(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>d</sub>-(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>e</sub>-R<sup>4</sup>で示される基  
(式中、mは1～5の整数、d、eは0以上の整数、且つ、d+e≥1～200であり、R<sup>4</sup>は水素原子若しくは炭素数1～5の一価炭化水素基又はR<sup>5</sup>-(CO)-で示される有機基、R<sup>5</sup>は炭素数1～5の一価炭化水素基)であり、R<sup>6</sup>は-C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>-O-(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>f</sub>-(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>g</sub>-R<sup>7</sup> (式中、nは1～5の整数、f、gは0以上の整数、且つ、f+g≥0～200であり、R<sup>7</sup>は炭素数10～30一価炭化水素基)であり、a、b、cはそれぞれ1.0≤a≤2.5、0.001≤b≤1.5、0.001≤c≤1.5である。]で表されるシリコーン化合物であることを特徴とする請求項1記載の固形状油中水型化粧料。

【請求項4】 更に、(e)成分として、無機塩、水溶性高分子、有機酸又はその塩、アミノ酸又はその塩、ボリエチレングリコール、糖類から選ばれる一種又は二種以上の水分蒸発抑制剤を含有することを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の固形状油中水型化粧

料。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、コンパクト容器や金皿、スティック容器や中皿等の容器に充填してなる固形状油中水型化粧料に関し、容器への充填成形性と経時安定性に優れ、更には、塗布時の清涼感と潤い感、塗布後の化粧持続性にも優れた固形状油中水型化粧料に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】油中水型化粧料は肌上で耐水性の化粧膜を形成させることができると有用な剤であるが、油分量が多いため、塗布時のベタツキ感や油っぽさを感じることが欠点であった。この欠点を改良するため油分中に揮発性シリコーン油を配合させる技術があった。しかし、この揮発性シリコーン油を用いた油中水型化粧料は、経時安定性の確保が困難であった。また、従来の油中水型化粧料は、乳液状やクリーム状の形態が殆どであり、これら化粧料を充填する容器としては、ガラス製や樹脂製の瓶型容器又はチューブ容器が一般的に用いられていた。しかし、ガラス瓶は一般的に重いため携帯性が悪く、チューブ容器は携帯性は良いが、鞄の中等で他の荷物に押されてチューブが破裂し中身が漏れる心配があった。近年この様な市場の要求に対して、固形状油中水型化粧料が開発されてきている。例えば、特開平01-79104号公報に記載している様に、特定のポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンと固体油により固形状油中水型乳化化粧料を調製する技術がある。

## 【0003】

【本発明が解決しようとする課題】しかしながら、この特定のポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンは、固化するための必須成分である固体油との相溶性が悪く、化粧料を加熱し流動化させ容器に充填する際、加熱により油分が不均一化しやすく、これによる品質の劣化や経時安定性に問題を生じる場合があった。また同時に、化粧料を加熱し流動化させ容器に充填する際、加熱により内水相中の水が蒸発しやすく、これによる品質の劣化や経時安定性にも問題を生じる場合があった。そこで、充填成形性及び経時安定性に優れ、使用感にも優れる固形状油中水型化粧料の開発が望まれていた。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者らは上記実情に鑑み、観察検討を行なった結果、揮発性シリコーン油と固体油とを含有する油分中に水を含有する固形状油中水型化粧料に長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンを用いることにより、化粧料をコンパクト容器や金皿、スティック容器や中皿等に充填する際に、油分の不均一化や、水の蒸発が抑制され、充填成形性と経時安定性に優れる化粧料が得られ、更には、この固形状油中水型化粧料は、清涼感と潤い感が良

好で、塗布後の化粧持続性も良好であるという優れた官能特性を有することを見出し本発明を完成させた。すなわち、本発明は、次の成分(a)～(d)：

- (a) 長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン
- (b) 振発性シリコーン油
- (c) 固形油
- (d) 水性成分

を含有することを特徴とする固形状油中水型化粧料を提供するものである。更には、(e)成分として、無機塩、水溶性高分子、有機酸又はその塩、アミノ酸又はその塩、ポリエチレングリコール、糖類から選ばれる以上の水分蒸発抑制剤を含有することにより、充填成形性と経時安定性が更に向上的する固形状油中水型化粧料を提供するものである。

#### 【0005】

【発明の実施の形態】本発明の固形状油中水型化粧料は、コンパクト容器や金皿、スティック容器や中皿等の容器に充填され、通常使用時に固化してあるものである。

【0006】本発明に使用される(a)成分の長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンは、長鎖アルキル基を含有する基とポリオキシアルキレン基とで共変性されたオルガノポリシロキサンであれば、いずれのものも使用することができ、中でも固形油との相溶性の観点より、好ましくは、次の一般式(1)又は(3)で表されるものが挙げられる。

【0007】長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンが下記一般式(1)

$$R^1_a R^2_b R^3_c SiO_{(4-a-b-c)/2} \cdots (1)$$

〔式中、R<sup>1</sup>は同一又は異なってもよく、炭素数1～10のアルキル基、水素原子、アリール基、アラルキル基、フッ素置換アルキル基を示し、R<sup>2</sup>は-C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>-O-(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>f</sub>-(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>g</sub>-R<sup>7</sup>で示される基〕

〔式中、mは1～5の整数、d、eは0以上の整数、且つ、d+e≥1～200であり、R<sup>4</sup>は水素原子若しくは炭素数1～5の一価炭化水素基又はR<sup>5</sup>-(CO)-で示される有機基、R<sup>5</sup>は炭素数1～5の一価炭化水素基〕であり、R<sup>3</sup>は炭素数10～30の一価炭化水素基であり、a、b、cはそれぞれ1.0≤a≤2.5、0.001≤b≤1.5、0.001≤c≤1.5である。〕で表されるシリコーン化合物。

【0007】長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンが下記一般式(2)

$$R^1_a R^2_b R^6_c SiO_{(4-a-b-c)/2} \cdots (2)$$

〔式中、R<sup>1</sup>は同一又は異なってもよく、炭素数1～10のアルキル基、水素原子、アリール基、アラルキル基、フッ素置換アルキル基を示し、R<sup>2</sup>は-C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>-O-(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>d</sub>-(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>e</sub>-R<sup>4</sup>で示される基〕

〔式中、mは1～5の整数、d、eは0以上の整数、且つ、d+e≥1～200であり、R<sup>4</sup>は水素原子若しく

は炭素数1～5の一価炭化水素基又はR<sup>5</sup>-(CO)-で示される有機基、R<sup>5</sup>は炭素数1～5の一価炭化水素基〕であり、R<sup>6</sup>は-C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>-O-(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>f</sub>-(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>g</sub>-R<sup>7</sup>〔式中、nは1～5の整数、f、gは0以上の整数、且つ、f+g≥0～200であり、R<sup>7</sup>は炭素数10～30の一価炭化水素基〕であり、a、b、cはそれぞれ1.0≤a≤2.5、0.001≤b≤1.5、0.001≤c≤1.5である。〕で表されるシリコーン化合物。

【0008】本発明で用いられる長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンは、例えば、一般式(1)で表されるアビルEM-90、アビルB9806(共にゴールドシュミット社製)等市販されているものや、一般式(3)のシリコーン化合物(特開平04-036324、特開平09-059386記載のもの)を挙げることができ、これらを必要に応じて一種又は二種以上を用いることができる。

【0009】本発明の固形状油中水型化粧料における(a)成分である長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンの配合量は、べたつき感や経時安定性の観点から、0.05～10重量%(以下単に「%」で示す。)が好ましく、0.1～5%が特に好ましい。

【0010】本発明に使用される(b)成分の揮発性シリコーン油は通常化粧料に用いられるものであれば何れでもよく、例えば、デカメチルシクロベンタシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン等の環状シリコーン類、25°Cでの粘度が5c s以下のジメチルポリシロキサンを挙げることができ、これらを必要に応じて一種又は二種以上を用いることができる。

【0014】本発明の固形状油中水型化粧料における(b)成分である揮発性シリコーン油の配合量は、べたつき感や油っぽさ等の使用感及び経時安定性の観点より、5～60%が好ましく、10～40%が特に好ましい。

【0015】本発明に使用される(c)成分の固体油は常温で固形状の油であり、通常化粧料に用いられるものであれば何れでもよく、例えば、パラフィンワックス、セレシンワックス、オゾケライト、マイクロクリスタリンワックス、モクロウ、モンタンワックス、フィッシュトロップスワックス、ポリエチレンワックス、12-ヒドロキシステアリン酸等の炭化水素類、カルナウバロウ、ミツロウ、ラノリンワックス、キャンドリラ等の天然物類、トリベヘン酸グリセリル、ロジン酸ベンタエリトリ-トエステル等のエステル類、ステアロキシジメチルポリシロキサン、ステアリルシロキサン等のアルキル変性シリコーン類、ステアリン酸、ベヘニン酸等の脂肪酸類、セタノール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール等の高級アルコール類を挙げることができ、これらを必要に応じて一種又は二種以上を用いることができる。

きる。

【0016】本発明の固形状油中水型化粧料における(c)成分である固形状油の配合量は、形状保持効果の観点より、3～20%が好ましく、5～15%が特に好ましい。また、全油分中に(c)成分である固形状油は、使用性、肌上での伸び広がり等より、0.05～30%が更に好ましい。

【0017】本発明に使用される(d)成分の水性成分は水及び水に可溶な成分であり、通常化粧料に用いられるものであれば何れでもよく、例えば、水や、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、ジプロピレングリコール等の多価アルコール類、グリセリン、ジグリセリン、ポリグリセリン等のグリセロール類、アロエベラ、ウイットヘーゼル、ハマメリス、キュウリ、レモン、ラベンダー、ローズ等の植物抽出液を挙げることができ、これらを必要に応じて一種又は二種以上を用いることができる。

【0018】本発明の固形状油中水型化粧料における(d)成分の水性成分の配合量は、清涼感等の使用感及び経時安定性の観点より、5～70%が好ましく、10～60%が特に好ましい。

【0019】上記固形状油中水型化粧料に、更に(e)成分の水分蒸発抑制剤を加えることによって、充填成形性及び経時安定性が格段に向かう。本発明に使用される(e)成分の水分蒸発抑制剤は、油中水型化粧料の水相に配合することにより、高温での水の蒸発を抑制するものであれば何れでもよく、例えば、塩化ナトリウム、塩化カリウム、塩化マグネシウム、塩化アルミニウム、硫酸マグネシウム、硫酸カリウム、硫酸ナトリウム、硫酸アルミニウム、硝酸マグネシウム、硝酸カリウム、硝酸ナトリウム、硝酸アルミニウム等の無機塩類、キサンタンガム、グーガム、コンドロイチン硫酸ナトリウム、ヒアルロン酸、アラビアガム、アルギン酸ナトリウム、カラギーナン、メチセルロース、ヒドロキシエチセルロース、カルボキシメチセルロース、カルボキシビニルポリマー、アルキル付加カルボキシビニルポリマー、ポリビニルアルコール、ポリビニルビロリドン、ポリアクリル酸ナトリウム等の水溶性高分子類、ヒドロキシ酢酸、乳酸、β-ヒドロキシプロピオン酸、ヒドロキシ酪酸、シュウ酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、フマル酸、マレイン酸、リンゴ酸、クエン酸、酒石酸等の有機酸又はこれらの塩類、グリシン、ヴァリン、ロイシン、イソロイシン、セリン、トレオニン、フェニルアラニン、アスパラギン酸、グルタミン酸、アルギニン、リジン、イロリドンカルボン酸等のアミノ酸又はこれらの塩類、分子量200～450万のポリエチレンリコール類、グルコース、フルクトース、ガラクトース、キシロース、マルトース、シュークロース、ラクトース、デキストリン等の糖類を挙げることができ、これらを必要に応じて一種又は二種以上を用いることができ

る。

【0020】本発明に使用される(e)成分の水分蒸発抑制剤の配合量は固形状油中水型化粧料中に、0.01～5%であり、この範囲で用いると、充填成形性と経時安定性が格段に向かう。

【0021】本発明の固形状油中型化粧料には、上記の必須成分の他に通常の化粧料に使用される成分、例えば粉体、(a)成分以外の界面活性剤、(b)及び(c)成分以外の油、油ゲル化剤、紫外線吸収剤、高重合度ジメチルポリシロキサン、アクリル変性シリコーン、トリメチルシロキシケイ酸等の油溶性被膜形成剤、エタノール等の溶剤、パラオキシ安息香酸誘導体、フェノキシエタノール等の防腐剤、ビタミン類、美容成分、香料等を本発明の効果を損なわない範囲で適宜配合することができる。

【0022】粉体としては、球状、板状、針状等の形状、煙霧状、微粒子、顔料級等の粒子径、多孔質、無孔質等の粒子構造、等により特に限定されず、無機粉体類、光輝性粉体類、有機粉体類、色素粉体類、複合粉体類、等が挙げられる。具体的には、酸化チタン、コンジョウ、群青、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化アルミニウム、二酸化珪素、酸化マグネシウム、酸化ジルコニア、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、酸化クロム、水酸化クロム、カーボンブラック、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、マイカ、合成マイカ、合成セリサイト、セリサイト、タルク、カオリン、炭化珪素、硫酸バリウム、ペントナイト、スマクタイト、窒化硼素等の無機粉体類、オキシ塩化ビスマス、雲母チタン、酸化鉄コーティング雲母、酸化鉄雲母チタン、有機顔料処理雲母チタン、アルミニウムパウダー等の光輝性粉体類、ナイロンパウダー、ポリメチルメタクリレート、アクリロニトリル-メタクリル酸共重合体パウダー、塩化ビニリデン-メタクリル酸共重合体パウダー、ポリスチレン、ポリエチレンパウダー、オルガノポリシロキサンエラストマー-パウダー、ポリメチルシルセスキオキサンパウダー、ポリテトラフルオロエチレンパウダー、ウールパウダー、シルクパウダー、カルバミン酸エチルパウダー、結晶セルロース、デンプン、オクテニルコハク酸トウモロコシデンプンアルミニウム、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸亜鉛、N-アシルリジン等の有機粉体類、有機タール系顔料、有機色素のレーキ顔料等の色素粉体類、微粒子酸化チタン被覆雲母、微粒子酸化亜鉛被覆雲母、硫酸バリウム被覆雲母チタン、硫酸バリウム被覆雲母亜鉛、酸化チタン含有二酸化珪素、酸化亜鉛含有二酸化珪素、酸化セリウム含有二酸化珪素等の複合粉体、等が挙げられ、これらを一種又は二種以上を用いることができる。また、これら粉体は通常公知の方法、例えば、ジメチルポリシロキサン、メチルハイドロジエンポリシロキサン、トリメチルメトキシケ

イ酸等のシリコーン化合物による処理、パーグルオロボリエーテルリン酸やパーグルオロアルキルリン酸、弗素変性シリコーン等の弗素化合物による処理、ラウリン酸亜鉛等の金属石鹼処理、レシチン等の両性界面活性剤、陰イオン性界面活性剤、陽イオン性界面活性剤等の界面活性剤による処理、N-長鎖アシルアミノ酸等のアミノ酸処理、コラーゲン等の保湿剤処理、高級脂肪酸、高級アルコール、エステル、ワックス等の油処理等をして配合してよい。

【0023】(a) 成分以外の界面活性剤としては、例えば、グリセリン脂肪酸エステル及びそのアルキレングリコール付加物、ポリグリセリン脂肪酸エステル及びそのアルキレングリコール付加物、プロピレングリコール脂肪酸エステル及びそのアルキレングリコール付加物、ソルビタン脂肪酸エステル及びそのアルキレングリコール付加物、ソルビトールの脂肪酸エステル及びそのアルキレングリコール付加物、ポリアルキレングリコール脂肪酸エステル、ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン系界面活性剤等の非イオン性界面活性剤類、ステアリン酸、ラウリン酸のような脂肪酸及びそれらの無機及び有機塩、アルキルベンゼン硫酸酸塩、アルキルスルホン酸塩、 $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩、ジアルキルスルホコハク酸塩、 $\alpha$ -スルホン化脂肪酸塩、アシルメチルタウリン塩、N-メチル-N-アルキルタウリン塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸塩、アルキル磷酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル磷酸塩、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル磷酸塩、N-アシルアミノ酸塩、N-アシル-N-アルキルアミノ酸塩等の陰イオン性界面活性剤類、アルキルアミン塩、ポリアミン及びアルカノラアミン脂肪酸誘導体、アルキル四級アンモニウム塩、環式四級アンモニウム塩等の陽イオン性界面活性剤類、レシチン、N, N-ジメチル-N-アルキル-N-カルボキシルメチルアンモニウムベタイン等の両性界面活性剤類等が挙げられ、これらを一種又は二種以上を用いることができる。

【0024】(b) 及び(c) 成分以外の油としては、例えば、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルハイドロジェンポリシロキサン、フッ素変性シリコーン等の不揮発性シリコーン油、オリーブ油、ヒマシ油、ホホバ油、ミンク油等の油脂類、流動パラフィン、スクワラン、ワセリン、ポリソブチレン、ポリブテン等の炭化水素類、セチルイソオクタネート、ミリストン酸イソプロピル、トリオクタン酸グリセリル、トリイソステアリン酸ジグリセリル、ジペンタエリトリット脂肪酸エステル等のエステル類、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ラノリンアルコール等のラノリン誘導体、N-ラウロイル-L-グルタミン酸ジ(コレステリル・ベヘニル・オクチルドデシル)等のアミノ酸誘導体油類、パーグルオロポリエーテル、パーグルオロデカ

ン、パーグルオロオクタン等のフッ素系油剤類等が挙げられ、これらを一種又は二種以上を用いることができる。

【0025】油ゲル化剤としては、デキストリン脂肪酸エステル、蔗糖脂肪酸エステル、デンプン脂肪酸エステル、12-ヒドロキシステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸カルシウム、疎水性煙霧状無水ケイ酸、有機変性ペントナイト、架橋オルガノポリシロキサン等が挙げられ、これらを一種又は二種以上を用いることができる。

【0026】紫外線吸収剤としては、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン-5-スルホン酸、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン-5-スルホン酸ナトリウム、2, 2'-ジヒドロキシ-4, 4'-ジメトキシベンゾフェノン、2, 2'-ジヒドロキシ-4, 4'-ジメトキシベンゾフェノン-5-スルホン酸ナトリウム、2, 4-ジヒドロキシベンゾフェノン、2, 2'-4, 4'-テトラヒドロキシベンゾフェノン、2, 4, 6-トリアニリノ-p-(カルボ-2'-エチルヘキシル-1'-オキシ)-1, 3, 5-トリアジン等のベンゾフェノン系、サリチル酸-2-エチルヘキシル、サリチル酸フェニル、サリチル酸ホモメンチル等のサリチル酸系、バラアミノ安息香酸、バラアミノ安息香酸エチル、バラアミノ安息香酸グリセリル、バラジメチルアミノ安息香酸アミル、バラジメチルアミノ安息香酸アミル-2-エチルヘキシル、バラジヒドロキシプロピル安息香酸エチル等のPABA系、p-メトキシ桂皮酸-2-エチルヘキシル、4-メトキシ桂皮酸-2-エトキシエチル等のシンナメート系、2-(2-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール、4-tert-4'-メトキシジベンゾイルメタン等のジベンゾイルメタン系、オキシベンゾン系、ジメトキシベンジリデンジオキソイミダゾリシンプロピオン酸-2-エチルヘキシルが挙げられ、これらを一種又は二種以上を組み合わせて用いることができる。

【0027】本発明の固形状油中型化粧料は、例えば、メーキャップ化粧料、スキンケア化粧料、頭髪化粧料等が挙げられるが、特に、ファンデーションや下地等のメーキャップ化粧料、日焼け止め料等のスキンケア化粧料において効果が発揮されやすい。

#### 【0028】

【実施例】次に実施例を挙げ、本発明をさらに説明するが、本発明はこれによって限定されるものではない。

#### 【0029】実施例1~8及び比較例1~3

表1に示す組成のコンパクトタイプ油中型ファンデーションを調製し、皿容器への充填成形性、経時安定性、及びこのファンデーションを使用した時の、塗布時の清涼感と潤い感、塗布後の化粧持続性の各官能評価項目について、下記方法及び判定基準により評価し、結果を表

1に併せて示した。

【0030】

【表1】

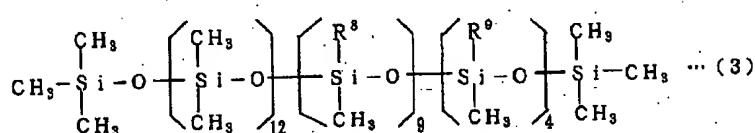
成分	実施例								(重量%) 比較例		
	1	2	3	4	5	6	7	8	1	2	3
1 長鎖アルキル含有ボリオキシアルキレン変性ホモポリシロキサン(注1)	0.08	2.0	5.0	10.0	---	5.0	5.0	5.0	---	5.0	---
2 長鎖アルキル含有ボリオキシアルキレン変性ホモポリシロキサン(注2)	---	---	---	---	5.0	---	---	---	---	---	---
3 ボリオキシアルキレン変性ホモポリシロキサン(注3)	---	---	---	---	---	---	---	---	5.0	---	---
4 ティメチルシリコーンシロキサン	8.0	5.0	10.0	20.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
5 オクタメチルシリコーンシロキサン	---	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
6 ティメチルシリロキサン(5cs)	---	---	5.0	---	---	---	---	---	---	---	---
7 セレシソックス	3.0	5.0	5.0	10.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
8 マイクロクリスチリソックス	---	---	1.5	---	---	---	---	---	---	---	---
9 ミツロウ	---	---	1.5	---	3.0	---	---	---	---	---	---
10 トリヘン酸グリセリル	---	---	---	5.0	5.0	---	---	---	---	---	---
11 流動ガラス	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	10.0	5.0	5.0
12 トリオクタン酸グリセリル	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
13 ナラフニルボリシロキサン	10.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	13.0	3.0
14 シチジン	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
15 デキストリン脂肪酸ステアリン	---	---	0.2	---	---	---	---	---	---	---	---
16 シリコーン処理酸化チタン	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
17 ベンガラ	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8
18 黄色酸化鉄	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
19 黒色酸化鉄	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
20 シリコーン処理剤(平均粒径5μ)	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
21 多孔質球状無水ケ酸(平均粒径3μ)	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
22 精製水	残量	残量	残量								
23 1,3-ブチレンゴリコール	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
24 グリセリン	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
25 ボリエチレンゴリコール(Mw=20000)	---	1.0	---	---	---	---	2.0	---	---	---	---
26 塩化ナトリウム	---	---	0.2	---	---	---	---	---	---	---	---
27 キサンタム	---	---	0.04	---	---	0.1	---	---	---	---	---
28 ケン酸ナトリウム	---	---	---	0.1	---	---	---	---	---	---	---
29 グルタミ酸ナトリウム	---	---	---	---	0.1	---	---	---	---	---	---
30 フルース	---	---	---	---	---	0.1	0.2	---	---	---	---
31 保湿剤(植物抽出液)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
32 ハオル安息香酸チル	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
《評価項目》	1	2	3	4	5	6	7	8	1	2	3
充填成形性	○	○	○	○	○	○	○	○	△	○	×
経時安定性	○	○	○	○	○	○	○	○	△	△	×
清涼感	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
潤い感	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△
化粧持続性	○	○	○	○	○	○	○	○	△	△	×

【0031】注1：アビルEM-90(ゴールドシュミット社製)

注2：一般式(3)で示されるシリコーン化合物

【0032】

【化1】



【0033】但し、式中のR<sup>8</sup>は-C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>3</sub>C<sub>18</sub>H<sub>35</sub>、R<sup>9</sup>は-C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>9</sub>Hを示す。

注3：シリコーンKF6017(信越化学工業社製)

【0034】(調製方法)

A：7～15を混合溶解する。

B : Aに1~6及び16~21を混合分散する。

C : 22~32を混合する。

D : BにCを加えて混合分散し、油中水型ファンデーションバルクを得た。

【0035】(皿容器への充填方法及び充填成形性の評価方法) 実施例1~8及び比較例1~3の上記調製方法により得られた油中水型ファンデーションバルクを、70℃に加熱した後、脱泡し、コンパクト容器に流し込み、室温まで冷却してコンパクトタイプ油中水型ファンデーションを得た。この時、充填成形性の評価として、加熱した時のバルクの流動性、容器内でのバルクの広がり性、冷却時の表面状態(亀裂や色ムラの有無)を目視にて観察し、下記判断基準により評価した。

#### 判断基準:

◎ : 流動性、広がり性、表面状態の全ての項目が問題無し

○ : 流動性、広がり性、表面状態の何れか一つの項目で若干の問題があるが、全体として許容できる水準

△ : 流動性、広がり性、表面状態の何れか一つの項目での問題があり、全体として許容できない水準

× : 流動性、広がり性、表面状態で複数の項目で問題がある

【0036】(経時安定性評価方法) 実施例1~8及び比較例1~3の上記調製方法により得られた油中水型ファンデーションバルクを、70℃に加熱して脱泡した後、密閉ガラス瓶に全容量の半量を流し込み、室温まで冷却し、これを5℃、40℃、50℃の各温度にて保管する。50℃保管品は一夜後、室温に戻し、ガラス瓶の空間部分及びバルク表面を観察し水分の結露具合を下記判断基準に従って評価する。また、5℃、40℃保管品については、1ヶ月まで外観状態の変化を下記判断基準に従って評価する。

#### 判断基準:

◎ : 50℃品での水分の結露が全く無く、5℃、40℃品の変化が全く無い

○ : 50℃品で水分の結露が僅かに有るが、許容できる水準であり、5℃、40℃品の変化が無い

△ : 50℃品で水分の結露が僅に有り、5℃、40℃品の変化も有り、許容できない水準である

× : 50℃品で水分の結露及び、5℃、40℃品の変化において共に問題あり

【0037】(ファンデーションを使用した時の官能評価方法) 実施例1~8及び比較例1~3のコンパクトタイプ油中水型ファンデーションを化粧品専門使用パネル40人に使用してもらい、塗布時の清涼感と潤い感、塗布後の化粧持続性の各項目について、良いと感じた人數により、以下の官能評価基準に従って評価した。

#### 判断基準:

良いと感じた人數

31~40名 : ◎

21~30名 : ○

11~20名 : △

10名以下 : ×

【0038】充填成形性の評価、経時安定性及びファンデーションを使用した時の官能評価の結果を併せて、表1に示した。

【0039】表1から明らかなように、実施例1~8のコンパクトタイプ油中水型ファンデーションは比較例と比べ、皿容器への充填成形性と経時安定性が良好であり、且つ、このファンデーションを使用した時の、塗布時の清涼感と潤い感、塗布後の化粧持続性の全ての項目に優れたものであった。

#### 【0040】

#### 実施例9: コンパクト日焼け止め料

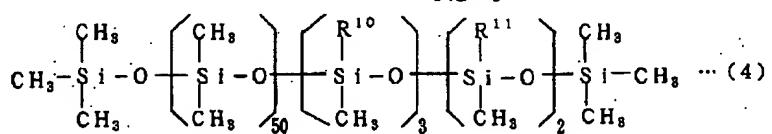
(处方)

(重量%)

1. 長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン 変性オルガノポリシロキサン(注4)	3
2. デカメチルシクロペンタシロキサン	10
3. オクタメチルシクロテトラシロキサン	10
4. ロジン酸ペンタエリトリットエステル	2
5. パラフィンワックス	3
6. ポリエチレンワックス	3
7. パラメトキシ桂皮酸2-エチルヘキシル	6
8. 4-tert-4'-メトキシジベンゾイルメタン	1
9. セチルイソオクタノート	5
10. ソルビタンセスキオレイン酸	2
11. 精製水	残量
12. 1, 3-ブチレングリコール	10
13. アルキル付加カルボキシビニルポリマー(注5)	0.3
14. 塩化ナトリウム	0.2

注4: 一般式(4)で示されるシリコーン化合物

## 【0041】



【0042】但し、式中のR<sup>10</sup>は-C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>20</sub>C<sub>18</sub>H<sub>37</sub>  
R<sup>11</sup>は-CH<sub>2</sub>CH(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)CH<sub>2</sub>O(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>30</sub>C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>を示す。注5:ペミュレンTR-1(B.F.グッドリッチ社製)  
(調製方法)  
A: 4~10を混合溶解する。  
B: Aに1~3を混合する。  
C: 11~14を混合する。

D: BにCを加えて混合分散する。  
E: Dを70°Cに加熱し、脱泡後、樹脂皿に流し込み、室温まで冷却して、コンパクト日焼け止め料を得た。  
【0043】実施例9のコンパクト日焼け止め料は、皿容器への充填成形性と経時安定性が良好であり、且つ、このファンデーションを使用した時の、塗布時の清涼感と潤い感、塗布後の化粧持続性の総ての項目に優れたものであった。

## 【0044】

## 実施例10: スティック状油中水型口紅

(成分)	(重量%)
1. マイクロクリスタリンワックス	9
2. キャンデリラワックス	6
3. パラフィンワックス	5
4. トリイソステアリン酸ジグリセリル	10
5. N-ラウロイル-レーグルタミン酸ジエステル(注6)	5
6. ヘキサグリントリステアレート	1
7. デカメチルシクロペンタシロキサン	20
8. オクタメチルシクロテトラシロキサン	10
9. トリメチルメトキシケイ酸溶液(注7)	5
10. 長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン 変性オルガノポリシロキサン(注2)	5
11. パーフルオロアルキルリン酸エステル処理酸化チタン	5
12. パーフルオロアルキルリン酸エステル処理赤色226号	2
13. パーフルオロアルキルリン酸エステル処理黄色4号	0.5
14. 球状オルガノポリシロキサン エラストマーパウダー(平均粒子径2μ)	3
15. 精製水	残量
16. ジプロピレングリコール	10
17. 香料	適量

注6:エルデューCL301(味の素社製)

注7:シリコーンKF7312J(信越化学工業社製)

## (調製方法)

A: 1~6を混合溶解する。  
B: Aに7~14を混合する。  
C: 15~17を混合する。  
D: BにCを加えて混合分散する。  
E: Dを70°Cに加熱し、脱泡後、スティック容器に流し込み、室温まで冷却して、スティック状油中水型口紅

を得た。

【0045】実施例10のスティック状油中水型口紅は、容器への充填成形性と経時安定性が良好であり、且つ、このファンデーションを使用した時の、塗布時の清涼感と潤い感、塗布後の化粧持続性の総ての項目に優れたものであった。

## 【0046】

実施例11: スティックコンシーラ

- キャンデリラワックス
- パラフィンワックス
- ジペンタエリトリット脂肪酸エステル

(重量%)
4
1
3

4. メチルポリシロキサン(10CS)	10
5. トライソステアリン酸ジグリセリル	10
6. デカメチルシクロペンタシロキサン	5
7. オクタメチルシクロヘキシロキサン	5
8. 長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン 変性オルガノポリシロキサン(注1)	5
9. ジグリセリンジイソステアリン酸	2
10. ビタミンE	0.1
11. パーフルオロポリエーテル処理酸化チタン	15
12. タルク	5
13. ベンガラ	1
14. 黄酸化鉄	2
15. 黒酸化鉄	0.5
16. 球状の架橋ポリメチルメタクリレート(6μ)	5
17. 精製水	残量
18. カラギーナン	0.2
19. パラオキシ安息香酸メチル	0.2
20. 塩化ナトリウム	0.1

## 〔調製方法〕

- A : 1~5を混合溶解する。  
 B : Aに6~16を混合する。  
 C : 17~20を混合する。  
 D : BにCを加えて混合分散する。  
 E : Dを-7.0℃に加熱し、脱泡後、スティック容器に流し込み、室温まで冷却して、スティックコンシーラを得た。  
 【0047】実施例11のスティックコンシーラは、容器への充填成形性と経時安定性が良好であり、且つ、このファンデーションを使用した時の、塗布時の清涼感と

潤い感、塗布後の化粧持続性の総ての項目に優れたものであった。

## 【0048】

【発明の効果】本発明の固形状油中水型化粧料は、コンパクト容器や金皿、スティック容器や中皿等に充填する時に、油分の不均一化や、水の蒸発が抑制されることにより、充填成形性と経時安定性に優れたものであり、更には、塗布した時に、清涼感と潤い感が良好で、塗布後の化粧持続性も良好であるという優れた官能特性を有するものである。

## 【手続補正書】

【提出日】平成10年9月7日

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項3

【補正方法】変更



[式中、R<sup>1</sup>は同一又は異なってもよく、炭素数1~10のアルキル基、水素原子、アリール基、アラルキル基、フッ素置換アルキル基を示し、R<sup>2</sup>は-C<sub>m</sub>H<sub>2m</sub>-O-(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>d</sub>-(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>e</sub>-R<sup>4</sup>で示される基(式中、mは1~5の整数、d、eは0以上の整数、且つ、d+e≥1~200であり、R<sup>4</sup>は水素原子若しくは炭素数1~5の一価炭化水素基又はR<sup>5</sup>-(CO)-で示される有機基、R<sup>5</sup>は炭素数1~5の一価炭化水素基)であり、R<sup>6</sup>は-C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>-O-(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>f</sub>-(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>g</sub>-R<sup>7</sup>(式中、nは1~5の整数、f、gは0以上の整数、且つ、f+g≥0~200であり、R<sup>7</sup>は炭素数10~30の一価炭化水

## 【補正内容】

【請求項3】前記(a)成分の長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンが下記一般式(2)

素基)であり、a、b、cはそれぞれ1.0≤a≤2.5、0.001≤b≤1.5、0.001≤c≤1.5である。]で表わされるシリコーン化合物であることを特徴とする請求項1記載の固形状油中水型化粧料。

## 【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0004

【補正方法】変更

## 【補正内容】

## 【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者らは上記実情に鑑み、鋭意検討を行った結果、揮発性シリコーン油と固

形油とを含有する油分中に水を含有する固形状油中水型化粧料に長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンを用いることにより、化粧料をコンパクト容器や金皿、スティック容器や中皿等に充填する際に、油分の不均一化や、水の蒸発が抑制され、充填成形性と経時安定性に優れる化粧料が得られ、更には、この固形状油中水型化粧料は、清涼感と潤い感が良好で、塗布後の化粧持続性も良好であるという優れた官能特性を有することを見出し本発明を完成させた。すなわち、本発明は、次の成分(a)～(d)：

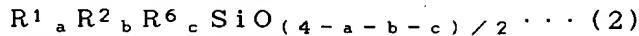
(a) 長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン

(b) 撻発性シリコーン油

(c) 固形油

(d) 水性成分

を含有することを特徴とする固形状油中水型化粧料を提供するものである。更には、(e)成分として、無機塩、水溶性高分子、有機酸又はその塩、アミノ酸又はその塩、ポリエチレングリコール、糖類から選ばれる一種又は二種以上の水分蒸発抑制剤を含有することにより、充填成形性と経時安定性が更に向上的する固形状油中水型



[式中、 $R_1$ は同一又は異なってもよく、炭素数1～10のアルキル基、水素原子、アリール基、アラルキル基、フッ素置換アルキル基を示し、 $R_2$ は $-C_mH_2^m-O-(C_2H_4O)^d-(C_3H_6O)^e-R_4$ で示される基(式中、mは1～5の整数、d、eは0以上の整数、且つ、 $d+e \geq 1 \sim 200$ であり、 $R_4$ は水素原子若しくは炭素数1～5の一価炭化水素基又は $R_5-(CO)-$ で示される有機基、 $R_5$ は炭素数1～5の一価炭化水素基)であり、 $R_6$ は $-C_nH_{2n}-O-(C_2H_4O)_f-(C_3H_6O)_g-R_7$ (式中、nは1～5の整数、f、gは0以上の整数、且つ、 $f+g \geq 0 \sim 200$ であり、 $R_7$ は炭素数10～30の一価炭化水素基)であり、a、b、cはそれぞれ $1.0 \leq a \leq 2.5$ 、 $0.001 \leq b \leq 1.5$ 、 $0.001 \leq c \leq 1.5$ である。]で表わされるシリコーン化合物。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0008

【補正方法】変更

【補正内容】

【0008】本発明で用いられる長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンは、例えば、一般式(1)で表わされるアビルEM-90、アビルB9806(共にゴールドシュミット社製)等市販されているものや、一般式(2)のシリコーン化合物(特開平04-036324、特開平09-059386記載のもの)を挙げることができ、これらを必要に応じて一種又は二種以上を用いることができる。

化粧料を提供するものである。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0006

【補正方法】変更

【補正内容】

【0006】本発明に使用される(a)成分の長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンは、長鎖アルキル基を含有する基とポリオキシアルキレン基とで共変性されたオルガノポリシロキサンであれば、いずれのものも使用することができ、中でも固形油との相溶性の観点より、好ましくは、次の一般式(1)又は(2)で表わされるものが挙げられる。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0007

【補正方法】変更

【補正内容】

【0007】長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンが下記一般式(2)

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0043

【補正方法】変更

【補正内容】

【0043】実施例9のコンパクト日焼け止め料は、皿容器への充填成形性と経時安定性が良好であり、且つ、このコンパクト日焼け止め料を使用した時の、塗布時の清涼感と潤い感、塗布後の化粧持続性の総ての項目に優れたものであった。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0045

【補正方法】変更

【補正内容】

【0045】実施例10のスティック状油中水型口紅は、容器への充填成形性と経時安定性が良好であり、且つ、このスティック状油中水型口紅を使用した時の、塗布時の清涼感と潤い感、塗布後の化粧持続性の総ての項目に優れたものであった。

【手續補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0047

【補正方法】変更

【補正内容】

【0047】実施例11のスティックコンシーラは、容器への充填成形性と経時安定性が良好であり、且つ、このスティックコンシーラを使用した時の、塗布時の清涼

感と潤い感、塗布後の化粧持続性の総ての項目に優れた ものであった。

---

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

A 61 K 7/42

識別記号

F I

A 61 K 7/42

## DERWENT TERMS AND CONDITIONS

*Derwent shall not in any circumstances be liable or responsible for the completeness or accuracy of any Derwent translation and will not be liable for any direct, indirect, consequential or economic loss or loss of profit resulting directly or indirectly from the use of any translation by any customer.*

Derwent Information Ltd. is part of The Thomson Corporation

Please visit our home page:

"WWW.DERWENT.CO.UK" (English)  
"WWW.DERWENT.CO.JP" (Japanese)

**MACHINE-ASSISTED TRANSLATION (MAT):**

(19)【発行国】  
日本国特許庁 (JP)

**(19)[ISSUING COUNTRY]**  
Japanese Patent Office (JP)

(12)【公報種別】  
公開特許公報 (A)

Laid-open (Kokai) patent application number  
(A)

(11)【公開番号】  
特開平11-228343

**(11)[UNEXAMINED PATENT NUMBER]**  
Unexamined Japanese Patent 11-228343

(43)【公開日】  
平成11年(1999) 8月2  
4日

**(43)[DATE OF FIRST PUBLICATION]**  
August 24th, Heisei 11 (1999)

(54)【発明の名称】  
固形状油中水型化粧料

**(54)[TITLE]**  
Solid form water-in-oil cosmetics

(51)【国際特許分類第6版】  
A61K 7/00

**(51)[IPC]**  
A61K 7/00  
47/06// A61K 7/0257/0357/42

47/06  
// A61K 7/025  
7/035  
7/42

**【FI】**  
A61K 7/00 N  
J  
47/06 B  
7/025  
7/035  
7/42

**[FI]**  
A61K 7/00 N  
J47/06 B  
7/0257/0357/42

【審査請求】  
未請求

**[EXAMINATION REQUEST]**  
UNREQUESTED

【請求項の数】 4

**[NUMBER OF CLAIMS]** Four

【出願形態】 F D

**[Application form]** FD

【全頁数】 11

**[NUMBER OF PAGES]** 11**(21)【出願番号】**

特願平10-55853

**(21)[APPLICATION NUMBER]**

Japanese Patent Application No. 10-55853

**(22)【出願日】**平成10年(1998)2月2  
0日**(22)[DATE OF FILING]**

February 20th, Heisei 10 (1998)

**(71)【出願人】****(71)[PATENTEE/ASSIGNEE]****【識別番号】**

000145862

**[ID CODE]**

000145862

**【氏名又は名称】**

株式会社コーセー

K.K. Kose

**【住所又は居所】**東京都中央区日本橋3丁目6番  
2号**[ADDRESS]****(72)【発明者】****(72)[INVENTOR]****【氏名】** 役田 由美子

Yumiko Yakuda

**【住所又は居所】**東京都北区栄町48番18号  
株式会社コーセー研究所**[ADDRESS]****(57)【要約】****(57)[SUMMARY]****【課題】**

コンパクト容器や金皿、スティック容器や中皿等に充填する時に、油分の不均一化や、水の蒸発が抑制されることにより、充填成形性と経時安定性に優れ、更には、肌へ塗布した時に、清涼感と潤い感が良好で、塗布後の化粧持続性も良好である固形

**[SUBJECT]**

When filling to a compact container, a metal dish, a stick container, an inside dish, etc., non-homogenization of an oil component and evaporation of water are inhibited. It excels in filling\_and\_forming\_properties and a time-dependent stability.

Furthermore, the refrigerant and the moistening\_sense are favorable when applying to the skin. The cosmetic sustainability after an application is also favorable. It is related with

状油中水型化粧料に関する。

solid form water-in-oil cosmetics.

### [解決手段]

長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン、揮発性シリコーン油、固形油、水性成分を含有することを特徴とする固形状油中水型化粧料。

### [SOLUTION]

Long-chain alkyl-containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane, an volatile silicone oil, solid oil, and an aqueous component are contained.

Solid form water-in-oil cosmetics characterized by the above-mentioned.

### [特許請求の範囲]

### [CLAIMS]

#### [請求項 1 ]

次の (a) ~ (d) 成分 :

- (a) 長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン
- (b) 挥発性シリコーン油
- (c) 固形油
- (d) 水性成分

を含有することを特徴とする固形状油中水型化粧料。

#### [CLAIM 1]

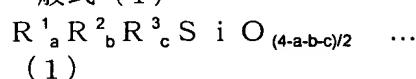
The following (a) - (d) components :

- (a) Long-chain alkyl-containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane
  - (b) An volatile silicone oil
  - (c) Solid oil
  - (d) Aqueous component
- are contained.

Solid form water-in-oil cosmetics characterized by the above-mentioned.

#### [請求項 2 ]

前記 (a) 成分の長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンが下記一般式 (1)



[式中、R<sup>1</sup>は同一又は異なってもよく、炭素数1~10のアルキル基、水素原子、アリール基、アラルキル基、フッ素置換アルキル基を示し、R<sup>2</sup>は-C<sub>m</sub>H<sub>2m</sub>-O-(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>d</sub>-(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>e</sub>-R<sup>4</sup>で示される基(式中、mは1~5の整数、d、eは0以上の整数、且つ、d+e≥1~200であり、R<sup>4</sup>は水素原子若しくは炭素数1~5の一価炭

#### [CLAIM 2]

The long-chain alkyl-containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane of the above-mentioned (a) component is the silicone compound expressed with the following general formula (1). The following general formula (1) R<sub>1</sub>aR<sub>2</sub>bR<sub>3</sub>cSiO(4-a-b-c)/2...(1) [in the formula, R<sub>1</sub> may be the same or different and are a C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub> alkyl group and hydrogen atom, an aryl group, an aralkyl group, and a fluorine substituted alkyl group.

R<sub>2</sub> is a group shown by -C<sub>m</sub>H<sub>2m</sub>-O-(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>d</sub>-R<sub>4</sub> (In the formula, m is the integer of 1-5. d and e are zero or more integers. And, it is d+e>=1-200).

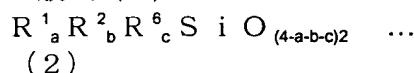
R<sub>4</sub> is hydrogen atom or the monovalent hydrocarbon group of the carbon numbers 1-5 or the organic group shown by R<sub>5</sub>-(CO)-. R<sub>5</sub> is the monovalent hydrocarbon group of carbon numbers 1-5).

R<sub>3</sub> is the monovalent hydrocarbon group of

化水素基又は  $R^5-(CO)-$  で示される有機基、 $R^5$  は炭素数 1 ~ 5 の一価炭化水素基) であり、 $R^3$  は炭素数 10 ~ 30 の一価炭化水素基であり、 $a$ 、 $b$ 、 $c$  はそれぞれ  $1.0 \leq a \leq 2.5$ 、 $0.001 \leq b \leq 1.5$ 、 $0.001 \leq c \leq 1.5$  である。] で表されるシリコーン化合物であることを特徴とする請求項 1 記載の固形状油中水型化粧料。

## 【請求項 3】

前記 (b) 成分の長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンが下記一般式 (2)



[式中、 $R^1$  は同一又は異なってもよく、炭素数 1 ~ 10 のアルキル基、水素原子、アリール基、アラルキル基、フッ素置換アルキル基を示し、 $R^2$  は  $-C_m H_{2m}$   $-O-$   $(C_2 H_4 O)_d - (C_3 H_6 O)_e - R^4$  で示される基 (式中、 $m$  は 1 ~ 5 の整数、 $d$ 、 $e$  は 0 以上の整数、且つ、 $d + e \geq 1$  ~ 200 であり、 $R^4$  は水素原子若しくは炭素数 1 ~ 5 の一価炭化水素基又は  $R^5-(CO)-$  で示される有機基、 $R^5$  は炭素数 1 ~ 5 の一価炭化水素基) であり、 $R^6$  は  $-C_n H_{2n} - O - (C_2 H_4 O)_f - (C_3 H_6 O)_g - R^7$  (式中、 $n$  は 1 ~ 5 の整数、 $f$ 、 $g$  は 0 以上の整数、且つ、 $f + g \geq 0$  ~ 200 であり、 $R^7$  は炭素数 10 ~ 30 一価炭化水素基) であり、 $a$ 、 $b$ 、 $c$  はそれぞれ  $1.0 \leq a \leq 2.5$ 、 $0.001 \leq b \leq 1.5$ 、 $0.001 \leq c \leq 1.$

carbon numbers 10-30.

$a$ 、 $b$ 、 $c$  はそれぞれ 1.0 =  $a$  = <2.5, 0.001 =  $b$  = <1.5, 0.001 =  $c$  = <1.5.

]

Solid form water-in-oil cosmetics of the Claim 1 characterized by the above-mentioned.

## [CLAIM 3]

The long-chain alkyl-containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane of the above-mentioned (b) component is the silicone compound expressed with the following general formula (2).  $R_1 a R_2 b R_3 c SiO(4-a-b-c)2 \dots \quad (2)$

[in the formula,  $R_1$  may be the same or different, and are a C1-C10 alkyl group and hydrogen atom, an aryl group, an aralkyl group, and a fluorine substituted alkyl group.

$R_2$  is a group shown by  $-C_m H_{2m} - O - (C_2 H_4 O)_d - R_4$  (In the formula,  $m$  is the integer of 1-5.  $d$  and  $e$  are zero or more integers. And, it is  $d+e \geq 1-200$ .

$R_4$  is hydrogen atom or the monovalent hydrocarbon group of the carbon numbers 1-5 or the organic group shown by  $R_5-(CO)-$ .  $R_5$  is the monovalent hydrocarbon group of carbon numbers 1-5).

$R_6$  is  $-C_n H_{2n} - O - (C_2 H_4 O)_f - (C_3 H_6 O)_g - R_7$ .

(In the formula, the integer of 1-5, and  $f$  and  $g$  of  $n$  are zero or more integers and  $f+g \geq 0-200$ .)

$R_7$ s are the carbon number 10 - 30 monovalent hydrocarbon group.

$a$ 、 $b$ 、 $c$  はそれぞれ 1.0 =  $a$  = <2.5, 0.001 =  $b$  = <1.5, 0.001 =  $c$  = <1.5]

Solid form water-in-oil cosmetics of the Claim 1 characterized by the above-mentioned.

5である。]で表されるシリコン化合物であることを特徴とする請求項1記載の固形状油中水型化粧料。

**[請求項4]**

更に、(e)成分として、無機塩、水溶性高分子、有機酸又はその塩、アミノ酸又はその塩、ポリエチレングリコール、糖類から選ばれる一種又は二種以上の水分蒸発抑制剤を含有することを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の固形状油中水型化粧料。

**[CLAIM 4]**

Furthermore, as a (e) component, one or more kinds of moisture\_vaporization\_suppressors selected out of mineral salt, a water soluble polymer, an organic acid or an its salt, an amino acid or an its salt, polyethyleneglycol, and saccharides are contained.

Solid form water-in-oil cosmetics given in any 1 of Claims 1-3 characterized by the above-mentioned.

**[発明の詳細な説明]**

**[0001]**

**[DETAILED DESCRIPTION OF INVENTION]**

**[0001]**

**[産業上の利用分野]**

本発明は、コンパクト容器や金皿、スティック容器や中皿等の容器に充填してなる固形状油中水型化粧料に関し、容器への充填成形性と経時安定性に優れ、更には、塗布時の清涼感と潤い感、塗布後の化粧持続性にも優れた固形状油中水型化粧料に関するものである。

**[INDUSTRIAL APPLICATION]**

This invention relates to the solid form water-in-oil cosmetics filled in vessels, such as a compact vessel, a metal dish, and a stick vessel, an inside dish, etc.

It excels in the filling\_and\_forming\_properties to a vessel, and a time-dependent stability.

Furthermore, it excelled also in the refrigerant and the moistening\_sense at the time of an application, and the cosmetic sustainability after an application. It relates to the above solid form water-in-oil cosmetics.

**[0002]**

**[0002]**

**[従来の技術]**

油中水型化粧料は肌上で耐水性の化粧膜を形成させることができる有用な剤形であるが、油分量が多いため、塗布時のベタツキ感や油っぽさを感じることが

**[PRIOR ART]**

Water-in-oil cosmetics are the useful formulation which can make the waterproof cosmetic film in a skin top form.

However, since there are many amounts of oil components, the feeling of the stickiness and the oiliness at the time of an application are

欠点であった。この欠点を改良するため油分中に揮発性シリコーン油を配合させる技術があった。しかし、この揮発性シリコーン油を用いた油中水型化粧料は、経時安定性の確保が困難であった。また、従来の油中水型化粧料は、乳液状やクリーム状の形態が殆どであり、これら化粧料を充填する容器としては、ガラス製や樹脂製の瓶型容器又はチューブ容器が一般的に用いられていた。しかし、ガラス瓶は一般的に重いため携帯性が悪く、チューブ容器は携帯性は良いが、鞄の中等で他の荷物に押されてチューブが破裂し中身が漏れる心配があった。近年この様な市場の要求に対して、固形状油中水型化粧料が開発されてきている。例えば、特開平01-79104号公報に記載している様に、特定のポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンと固形油により固形状油中水型乳化化粧料を調製する技術がある。

### 【0003】

#### 【本発明が解決しようとする課題】

しかしながら、この特定のポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンは、固化するための必須成分である固形油との相溶性が悪く、化粧料を加熱し流動化させ容器に充填する際、加熱により油分が不均一化しやすく、これによる品質の劣化や経時安定性に問題を生じる場合

sensed. This was the fault.

In order to improve this fault, there was a technique that an volatile silicone oil was blended into an oil component.

However, ensuring of a time-dependent stability was difficult for the water-in-oil cosmetics using this volatile silicone oil.

Moreover, the form of the shape of the shape of a milky lotion or cream of the conventional water-in-oil cosmetics is almost the case.

In general as a vessel which fills these cosmetics, the bottle type vessel or the tube vessel made from glass or resin-made was used.

However, since a glass bottle is heavy in general, its portability is bad. The portability of a tube vessel is good. However, it pushes by the other luggage in a bag, and a tube bursts. There was a fear of the content leaking.

In recent years, solid form water-in-oil cosmetics have been developed to request of such a market.

For example, as indicated to 01-Unexamined Japanese Patent 79104 gazette, there is a technique that solid form water-in-oil emulsified cosmetics are prepared with specific polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane and solid oil.

### [0003]

#### [PROBLEM ADDRESSED]

However, this specific polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane has a bad compatibility with solid oil which is an essential component for solidifying. In case cosmetics are made to heat and fluidize and it fills in a vessel, it is easy to non-equalize an oil component by heating. There were deterioration of the quality by this, a problem in the time-dependent stability.

Moreover when cosmetics are made to heat and fluidize and it fills in a vessel simultaneously, water in inner drainage phase tends to evaporate by heating. There was a

があった。また同時に、化粧料を加熱し流動化させ容器に充填する際、加熱により内水相中の水が蒸発しやすく、これによる品質の劣化や経時安定性にも問題を生じる場合があった。そこで、充填成形性及び経時安定性に優れ、使用感にも優れる固形状油中水型化粧料の開発が望まれていた。

## 【0004】

**【課題を解決するための手段】**  
 本発明者らは上記実情に鑑み、銳意検討を行なった結果、揮発性シリコーン油と固形油とを含有する油分中に水を含有する固形状油中水型化粧料に長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンを用いることにより、化粧料をコンパクト容器や金皿、スティック容器や中皿等に充填する際に、油分の不均一化や、水の蒸発が抑制され、充填成形性と経時安定性に優れる化粧料が得られ、更には、この固形状油中水型化粧料は、清涼感と潤い感が良好で、塗布後の化粧持続性も良好であるという優れた官能特性を有することを見出し本発明を完成させた。すなわち、本発明は、次の成分(a)～(d)：  
 (a) 長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン  
 (b) 挥発性シリコーン油  
 (c) 固形油  
 (d) 水性成分

を含有することを特徴とする固

case where a problem was produced also in the deterioration and the time-dependent stability of quality by this.

Then, it excels in filling\_and\_forming\_properties and a time-dependent stability, and it excels also in a feeling in use. Development of solid form water-in-oil cosmetics was desired.

## [0004]

**[SOLUTION OF THE INVENTION]**

The present inventors examined zealously in view of the above situation.

As a result, long-chain alkyl-containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane is used for the solid form water-in-oil cosmetics which contain water in the oil component which, contains an volatile silicone oil and solid oil. In the case cosmetics are filled to a compact vessel, a metal dish, a stick vessel, an inside dish, etc., non-homogenization of an oil component and evaporation of water are suppressed.

The cosmetics which are excellent in filling\_and\_forming\_properties and a time-dependent stability are obtained.

Furthermore, these solid form water-in-oil cosmetics have the refrigerant and a favorable moistening\_sense. The cosmetic sustainability after an application is also favorable. It discovers having the outstanding organic functions characteristics. This invention was completed.

Namely, this invention contains the following components (a) - (d) :

- (a) Long-chain alkyl-containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane
- (b) An volatile silicone oil
- (c) Solid oil
- (d) Aqueous component

The solid form water-in-oil cosmetics

形状油中水型化粧料を提供するものである。更には、(e) 成分として、無機塩、水溶性高分子、有機酸又はその塩、アミノ酸又はその塩、ポリエチレングリコール、糖類から選ばれる以上の水分蒸発抑制剤を含有することにより、充填成形性と経時安定性が更に向上する固形状油中水型化粧料を提供するものである。

## 【0005】

## 【発明の実施の形態】

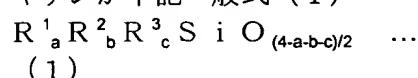
本発明の固形状油中水型化粧料は、コンパクト容器や金皿、スティック容器や中皿等の容器に充填され、通常使用時に固化してゐるものである。

## 【0006】

本発明に使用される (a) 成分の長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンは、長鎖アルキル基を含有する基とポリオキシアルキレン基とで共変性されたオルガノポリシロキサンであれば、いずれのものも使用することができ、中でも固形油との相溶性の観点より、好ましくは、次の一般式 (1) 又は (3) で表されるものが挙げられる。

## 【0007】

長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンが下記一般式 (1)



characterized by the above-mentioned are provided.

Furthermore, as a (e) component, the moisture\_vaporization\_suppressor selected out of mineral salt, a water soluble polymer, an organic acid or an its salt, an amino acid or an its salt, polyethyleneglycol, and saccharides is contained. The solid form water-in-oil cosmetics filling\_and\_forming\_properties and whose time-dependent stability improve further are provided.

## [0005]

## [Embodyment]

The solid form water-in-oil cosmetics of this invention are filled by vessels, such as a compact vessel, a metal dish, and a stick vessel, an inside dish, etc. Usually it solidifies and shines at the time of usage.

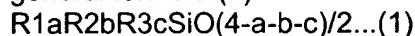
## [0006]

As for long-chain alkyl -containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane of (a) component used to this invention, if it is the organo-polysiloxane by which the covariance was carried out by the group and the polyoxyalkylene group containing a long-chain alkyl group, any thing can also be used.

Preferably, what is expressed with following general formula (1) or following (3) is mentioned from the viewpoint of the compatibility with solid oil among them.

## [0007]

Long-chain alkyl -containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane is the silicone compound expressed with the following general formula (1)

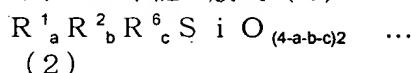


[in the formula, R1 may be the same or different

[式中、R<sup>1</sup>は同一又は異なってもよく、炭素数1～10のアルキル基、水素原子、アリール基、アラルキル基、フッ素置換アルキル基を示し、R<sup>2</sup>は-C<sub>m</sub>H<sub>2m</sub>-O-(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>d</sub>-(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>e</sub>-R<sup>4</sup>で示される基(式中、mは1～5の整数、d、eは0以上の整数、且つ、d+e≥1～200であり、R<sup>4</sup>は水素原子若しくは炭素数1～5の一価炭化水素基又はR<sup>5</sup>-(CO)-で示される有機基、R<sup>5</sup>は炭素数1～5の一価炭化水素基)であり、R<sup>3</sup>は炭素数10～30の一価炭化水素基であり、a、b、cはそれぞれ1.0≤a≤2.5、0.001≤b≤1.5、0.001≤c≤1.5である。]で表されるシリコーン化合物。

### 【0007】

長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンが下記一般式(2)



[式中、R<sup>1</sup>は同一又は異なってもよく、炭素数1～10のアルキル基、水素原子、アリール基、アラルキル基、フッ素置換アルキル基を示し、R<sup>2</sup>は-C<sub>m</sub>H<sub>2m</sub>-O-(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>d</sub>-(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>e</sub>-R<sup>4</sup>で示される基(式中、mは1～5の整数、d、eは0以上の整数、且つ、d+e≥1～200であり、R<sup>4</sup>は水素原子若しくは炭素数1～5の一価炭化水素基又はR<sup>5</sup>-(CO)-で示される有機基、R<sup>5</sup>は炭素数1～5の一価炭化水素基)であり、R<sup>3</sup>は-C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>-O-(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)

and are a C1-C10 alkyl group and hydrogen atom, an aryl group, an aralkyl group, and a fluorine substituted alkyl group.

R2 is a group shown by -CmH2 m-0-(C2H4O)d-(C3H6O)e-R4. (In the formula, m is the integer of 1-5. d and e are zero or more integers. And, it is d+e>=1-200.

R4 is a hydrogen atom or the monovalent hydrocarbon group of the carbon numbers 1-5 or the organic group shown by R5-(CO)-. R5 is the monovalent hydrocarbon group of carbon numbers 1-5).

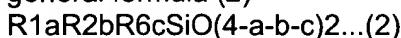
R3 is the monovalent hydrocarbon group of carbon numbers 10-30.

a, b, and c are respectively 1.0=<a=<2.5, 0.001=<b=<1.5, and 0.001=<c=<1.5.

]

### [0007]

Long-chain alkyl-containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane is the silicone compound expressed with the following general formula (2)



[in the formula, R1 may be the same or different and are a C1-C10 alkyl group and hydrogen atom, an aryl group, an aralkyl group, and a fluorine substituted alkyl group.

R2 is a group shown by -CmH2 m-0-(C2H4O)d-(C3H6O)e-R4. (In the formula, m is the integer of 1-5. d and e are zero or more integers. And, it is d+e>=1-200. R4 is hydrogen atom or the monovalent hydrocarbon group of the carbon numbers 1-5 or the organic group shown by R5-(CO)-. R5 is the monovalent hydrocarbon group of carbon numbers 1-5).

R6 is -CnH2n-O-(C2H4O)f-(C3H6O)g-R7. (In the formula, the integer of 1-5, and f and g of n are zero or more integers and f+g>=0-200. R7s are the carbon number 10 - 30 monovalent hydrocarbon group. a, b, and c are respectively 1.0=<a=<2.5, 0.001=<b=<1.5, and

$- (C_3H_6O)_g - R^7$  (式中、n 0.001=<c=<1.5.]  
 は1～5の整数、f、gは0以上  
 の整数、且つ、 $f + g \geq 0$ ～  
 200であり、R<sup>7</sup>は炭素数10  
 ～30一価炭化水素基)であり、  
 a、b、cはそれぞれ1. 0≤  
 a≤2. 5、0. 001≤b≤  
 1. 5、0. 001≤c≤1.  
 5である。]で表されるシリコーン化合物。

#### 【0008】

本発明で用いられる長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンは、例えば、一般式(1)で表されるアビルEM-90、アビルB9806(共にゴールドショミット社製)等市販されているものや、一般式(3)のシリコーン化合物(特開平04-03636324、特開平09-059386記載のもの)を挙げることができ、これらを必要に応じて一種又は二種以上を用いることができる。

#### 【0009】

本発明の固形状油中水型化粧料における(a)成分である長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンの配合量は、べたつき感や経時安定性の観点から、0.05～10重量%(以下単に「%」で示す。)が好ましく、0.1～5%が特に好ましい。

#### 【0010】

本発明に使用される(b)成分の揮発性シリコーン油は通常化粧料に用いられるものであれば

#### [0008]

Long-chain alkyl-containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane used with this invention, is commercially available, such as, ABIL EM-90 expressed with general formula (1), ABIL B9806 (both made in a gold Schmitt company), or is or the silicone compound of general formula (3) (Unexamined Japanese Patent 04-036324 and Unexamined Japanese Patent 09-059386).

one or more kinds can be used these depending on the need.

#### [0009]

The blending quantity of the long-chain alkyl-containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane which is (a) component in the solid form water-in-oil cosmetics of this invention, 0.05-10 weight% ("%" only shows below) is desirable from the viewpoint of a sticky feeling or a time-dependent stability.

0.1-5% is especially preferable.

#### [0010]

An any one is sufficient as it as long as the volatile silicone oil of (b) component used to this invention is generally used for cosmetics. For example, cyclic silicones, such as deca methyl

何れでもよく、例えば、デカメチルシクロペンタシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン等の環状シリコーン類、25°Cでの粘度が5 c s以下のジメチルポリシロキサンを挙げることができ、これらを必要に応じて一種又は二種以上を用いることができる。

#### [0014]

本発明の固形状油中水型化粧料における(b)成分である揮発性シリコーン油の配合量は、べたつき感や油っぽさ等の使用感及び経時安定性の観点より、5~60%が好ましく、10~40%が特に好ましい。

#### [0015]

本発明に使用される(c)成分の固形油は常温で固形状の油であり、通常化粧料に用いられるものであれば何れでもよく、例えば、パラフィンワックス、セレシンワックス、オゾケライト、マイクロクリスタリンワックス、モクロウ、モンタンワックス、フィッシュトロップスワックス、ポリエチレンワックス、12-ヒドロキシステアリン酸等の炭化水素類、カルナウバロウ、ミツロウ、ラノリンワックス、キャンデリラ等の天然物類、トリベヘン酸グリセリル、ロジン酸ペントエリトリットエステル等のエステル類、ステアロキシジメチルポリシロキサン、ステアリルシロキサン等のアルキル変性シリコーン類、ステアリン酸、ベヘニン酸等の脂肪酸類、セタノール、ステアリルアルコ

cyclopenta siloxane and an octamethylcyclo tetrasiloxane, dimethyl polysiloxane with a viscosity of five or less cs at 25 degree C can be mentioned.

One or more kinds can be used these depending on the need.

#### [0014]

The blending quantity of the volatile silicone oil which is (b) component in the solid form water-in-oil cosmetics of this invention is 5-60% desirably from the viewpoint of feeling in uses, such as a sticky feeling and oiliness, and a time-dependent stability. 10-40% is especially preferable.

#### [0015]

Solid oil of (c) component used to this invention is solid oil in normal temperature. Usually an any one is sufficient as long as it is used for cosmetics. For example, hydrocarbons, such as a paraffine wax, a cerecin wax, an ozokelite, a micro crystalline wax, Japan tallow, a montan wax, a fish "trops" wax, a polyethylene wax, and 12-hydroxy stearic acid, natural products, such as a carnauba wax, beeswax, a lanolin wax, and a candelilla ester, such as a tri behenic acid glyceryl and rosin acid pentaerythritol ester, alkyl modified silicones, such as a stearoxy dimethyl polysiloxane and stearyl siloxane, fatty acids, such as a stearic acid and a behenic acid, higher alcohols, such as a cetanol, a stearyl alcohol, and a behenyl alcohol, can be mentioned.

More than one or two kinds can be used these depending on necessity.

ール、ベヘニルアルコール等の高級アルコール類をを挙げることができ、これらを必要に応じて一種又は二種以上を用いることができる。

#### [0016]

本発明の固形状油中水型化粧料における(c)成分である固体油の配合量は、形状保持効果の観点より、3～20%が好ましく、5～15が特に好ましい。また、全油分中に(c)成分である固体油は、使用性、肌上で伸び広がり等より、0.05～30%が更に好ましい。

#### [0017]

本発明に使用される(d)成分の水性成分は水及び水に可溶な成分であり、通常化粧料に用いられるものであれば何れでもよく、例えば、水や、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、ジプロピレングリコール等の多価アルコール類、グリセリン、ジグリセリン、ポリグリセリン等のグリセロール類、アロエベラ、ウイッチャゼル、ハマメリス、キュウリ、レモン、ラベンダー、ローズ等の植物抽出液を挙げることができ、これらを必要に応じて一種又は二種以上を用いることができる。

#### [0018]

本発明の固形状油中水型化粧料における(d)成分の水性成分の配合量は、清涼感等の使用感及び経時安定性の観点より、5～70%が好ましく、10～6

#### [0016]

The blending quantity of solid oil which is (c) component in the solid form water-in-oil cosmetics of this invention is 3-20% desirably from the viewpoint of the shape retention effect. 5-15 are especially preferable.

Moreover, solid oil which is (c) component in all oil component, is 0.05-30% preferably from usability and spreading on the skin.

#### [0017]

The aqueous component of (d) component used to this invention is a component soluble in water and water.

Usually an any one is sufficient as long as it is used for cosmetics. For example, polyhydric alcohols, such as water, and a propylene glycol, 1,3- butylene glycol, a dipropylene glycol, etc. glycerols, such as glycerol, a diglycerine, and a polyglycerol plant extracts, such as aloe vera, a witch hazel, hamamelis, a cucumber, lemon, lavender, and a rose, can be mentioned.

One or more kinds can be used these depending on necessity.

#### [0018]

The blending quantity of the aqueous component of (d) component in the solid form water-in-oil cosmetics of this invention is 5-70 % desirably from the viewpoint of feeling in uses, such as the refrigerant, and a time-dependent stability. 10-60% is especially preferable.

0%が特に好ましい。

**[0019]**

上記固形状油中水型化粧料に、更に (e) 成分の水分蒸発抑制剤を加えることによって、充填成形性及び経時安定性が格段に向上する。本発明に使用される (e) 成分の水分蒸発抑制剤は、油中水型化粧料の水相に配合することにより、高温での水の蒸発を抑制するものであれば何れでもよく、例えば、塩化ナトリウム、塩化カリウム、塩化マグネシウム、塩化アルミニウム、硫酸マグネシウム、硫酸カリウム、硫酸ナトリウム、硫酸アルミニウム、硝酸マグネシウム、硝酸カリウム、硝酸ナトリウム、硝酸アルミニウム等の無機塩類、キサンタンガム、グアーガム、コンドロイチン硫酸ナトリウム、ヒアルロン酸、アラビアガム、アルギン酸ナトリウム、カラギーナン、メチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、カルボキシビニルポリマー、アルキル付加カルボキシビニルポリマー、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリアクリル酸ナトリウム等の水溶性高分子類、ヒドロキシ酢酸、乳酸、 $\beta$ -ヒドロキシプロピオン酸、ヒドロキシ酪酸、シュウ酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、フマル酸、マレイン酸、リンゴ酸、クエン酸、酒石酸等の有機酸又はこれらの塩類、グリシン、ヴァリン、ロイシン、イソロイシン、セリン、トレオニン、フェニルアラニン、アス

**[0019]**

The moisture\_vaporization\_suppressor of (e) component is further added to above solid form water-in-oil cosmetics. Thereby filling\_and\_forming\_properties and a time-dependent stability improve markedly. As the moisture\_vaporization\_suppressor of (e) component used to this invention, any one is sufficient as long as it suppresses evaporation of water in high temperature, by blending with the aqueous phase of water-in-oil cosmetics. For example, mineral salt, such as sodium chloride, a potassium chloride, magnesium chloride, aluminium chloride, magnesium sulfate, potassium sulfate, sodium sulfate, aluminium sulfate, a magnesium nitrate, potassium nitrate, sodium nitrate, and an aluminium nitrate, water soluble polymers, such as a xanthan gum, a guar gum, chondroitin sulfate sodium, hyaluronic acid, gum arabic, a sodium alginate, a carrageenan, a methyl cellulose, a hydroxyethyl cellulose, carboxymethylcellulose, a carboxy vinyl polymer, an alkyl addition carboxy vinyl polymer, polyvinyl alcohol, polyvinyl pyrrolidone, and a sodium polyacrylate, organic acids or these salts, such as a hydroxyacetic acid, lactic acid, (beta)- hydroxypropionic acid, a hydroxybutyric acid, an oxalic acid, malonic acid, a succinic acid, glutaric acid, a fumaric acid, maleic acid, malic acid, a citric acid, and tartaric acid, amino acids or these salts, such as a glycine, valine, a leucine, isoleucine, serine, threonine, phenylalanine, aspartic acid, glutamic acid, arginine, a lysine, and a pyrrolidone carboxylic acid, polyethyleneglycol of molecular weight 200-4,500,000, saccharides, such as a glucose, fructose, galactose, xylose, maltose, sucrose, a lactose, and dextrin, can be mentioned.

One or two kinds can be used these depending on the need.

パラギン酸、グルタミン酸、アルギニン、リジン、イロリドンカルボン酸等のアミノ酸又はこれらの塩類、分子量200～450万のポリエチレングリコール類、グルコース、フルクトース、ガラクトース、キシロース、マルトース、シューカロース、ラクトース、デキストリン等の糖類を挙げることができ、これらを必要に応じて一種又は二種以上を用いることができる。

#### 【0020】

本発明に使用される(e)成分の水分蒸発抑制剤の配合量は固形状油中水型化粧料中に、0.01～5%であり、この範囲で用いると、充填成形性と経時安定性が格段に向上する。

#### 【0021】

本発明の固形状油中型化粧料には、上記の必須成分の他に通常の化粧料に使用される成分、例えば粉体、(a)成分以外の界面活性剤、(b)及び(c)成分以外の油、油ゲル化剤、紫外線吸収剤、高重合度ジメチルポリシリカサン、アクリル変性シリコーン、トリメチルシリキシケイ酸等の油溶性被膜形成剤、エタノール等の溶剤、パラオキシ安息香酸誘導体、フェノキシエタノール等の防腐剤、ビタミン類、美容成分、香料等を本発明の効果を損なわない範囲で適宜配合することができる。

#### 【0022】

粉体としては、球状、板状、針状等の形状、煙霧状、微粒子、

#### [0020]

The blending quantity of the moisture\_vaporization\_suppressor of (e) component used to this invention is 0.01-5% in solid form water-in-oil cosmetics.

If it uses in this range, filling\_and\_forming\_properties and a time-dependent stability will improve markedly.

#### [0021]

In the solid form oil medium size cosmetics of this invention, the component used to usual cosmetics in addition to the essential component of an above, for example, a fine particle, surfactants except (a) component, Oil except (b) and (c) components, oil-soluble film formation agents, such as an oil gelatinizer, a ultraviolet absorber, a high degree of polymerization dimethyl polysiloxane, an acryl modified silicone, and a trimethyl siloxy silicic acid, preservative, such as solvents, such as an ethanol, a paraoxy benzoic acid derivative, and a phenoxy ethanol, vitamins, a cosmetic treatment component, a fragrance, etc. can be suitably blended in the range which does not impair the effect of this invention.

#### [0022]

As a fine particle, it is not limited by form, such as a globular shape, tabular, and acicular,

顔料級等の粒子径、多孔質、無孔質等の粒子構造、等により特に限定されず、無機粉体類、光輝性粉体類、有機粉体類、色素粉体類、複合粉体類、等が挙げられる。具体的には、酸化チタン、コンジョウ、群青、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化アルミニウム、二酸化珪素、酸化マグネシウム、酸化ジルコニウム、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、酸化クロム、水酸化クロム、カーボンブラック、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、マイカ、合成マイカ、合成セリサイト、セリサイト、タルク、カオリン、炭化珪素、硫酸バリウム、ベントナイト、スマクタイト、窒化硼素等の無機粉体類、オキシ塩化ビスマス、雲母チタン、酸化鉄コーティング雲母、酸化鉄雲母チタン、有機顔料処理雲母チタン、アルミニウムパウダー等の光輝性粉体類、ナイロンパウダー、ポリメチルメタクリレート、アクリロニトリル-メタクリル酸共重合体パウダー、塩化ビニリデン-メタクリル酸共重合体パウダー、ポリスチレン、ポリエチレンパウダー、オルガノポリシロキサンエラストマー-パウダー、ポリメチルシリセスキオキサンパウダー、ポリテトラフルオロエチレンパウダー、ウールパウダー、シリクパウダー、カルバミン酸エチルパウダー、結晶セルロース、デンプン、オクテニルコハク酸トウモロコシデンプンアルミニウム、ステアリン酸

Particle diameters, such as the shape of smog, a fine particle, and a pigment class, Particle structure of porous, non-porous etc. Inorganic fine particles, brilliant fine particles, organic fine particles, dye fine particles, and composite powder objects are mentioned. Specifically, inorganic fine particles, such as a titanium oxide, a con jaw, ultramarine blue, red ochre, a yellow iron oxide, a black iron oxide, a titanium oxide, a zinc oxide, aluminium oxide, a silicon dioxide, magnesium oxide, a zirconium oxide, a magnesium carbonate, a calcium carbonate, a chrome oxide, hydroxylation chromium, carbon black, and aluminium silicate, magnesium silicate, the magnesium aluminum silicate, a mica, a synthetic mica, synthetic sericite, sericite, a talc, kaoline, a silicon carbide, barium sulfate, a bentonite, smectite, and a boron nitride, organic fine particles, such as brilliant fine particles, such as a bismuth oxychloride, mica titanium, an iron oxide coating mica, iron oxide mica titanium, organic pigment process mica titanium, and aluminium powder, nylon powder, a polymethylmethacrylate, acrylonitrile-methacrylic acid copolymer powder, vinylidene chloride- methacrylic acid copolymer powder, a polystyrene, polyethylene powder, organopolysiloxane elastomer powder, polymethyl silsesquioxane powder, polytetrafluoroethylene powder, wool powder, silk powder, ethyl carbamate powder, A crystal cellulose, a starch, an octenyl succinic acid maize starch aluminium, a magnesium stearate, a zinc stearate, and N-acyl lysine dye fine particles, such as an organic tar type|system|group pigment and the lake pigment of an organic coloring matter, composite powder objects, such as a fine particle titanium oxide coating mica, a fine particle zinc oxide coating mica, barium sulfate coating mica titanium, barium sulfate coating mica zinc, a titanium oxide - containing silicon dioxide, a zinc oxide - containing silicon dioxide, and a cerium oxide - containing silicon dioxide, etc. are mentioned.

One or two kinds can be used these. Moreover, these fine particle is usually

マグネシウム、ステアリン酸亜鉛、N-アシルリジン等の有機粉体類、有機タール系顔料、有機色素のレーキ顔料等の色素粉体類、微粒子酸化チタン被覆雲母、微粒子酸化亜鉛被覆雲母、硫酸バリウム被覆雲母チタン、硫酸バリウム被覆雲母亜鉛、酸化チタン含有二酸化珪素、酸化亜鉛含有二酸化珪素、酸化セリウム含有二酸化珪素等の複合粉体、等が挙げられ、これらを一種又は二種以上を用いることができる。また、これら粉体は通常公知の方法、例えば、ジメチルポリシロキサン、メチルハイドロジエンポリシロキサン、トリメチルメトキシケイ酸等のシリコーン化合物による処理、パーフルオロポリエーテルリン酸やパーフルオロアルキルリン酸、弗素変性シリコーン等の弗素化合物による処理、ラウリン酸亜鉛等の金属石鹼処理、レシチン等の両性界面活性剤、陰イオン性界面活性剤、陽イオン性界面活性剤等の界面活性剤による処理、N-長鎖アシルアミノ酸等のアミノ酸処理、コラーゲン等の保湿剤処理、高級脂肪酸、高級アルコール、エステル、ワックス等の油処理等をして配合してよい。

### [0023]

(a) 成分以外の界面活性剤としては、例えば、グリセリン脂肪酸エステル及びそのアルキレングリコール付加物、ポリグリセリン脂肪酸エステル及びそのアルキレングリコール付加物、プロピレングリコール脂肪酸エ

subjected to a well-known method, for example, the process by silicone compounds, such as a dimethyl polysiloxane, a methyl hydrodiene polysiloxane, and a trimethyl methoxy silicic acid, the process by fluorine compounds, such as perfluoro polyether phosphoric acid, perfluoro alkyl phosphoric acid, and a fluorine modified silicone, the metal soap process of a zinc laurate etc., the process by surfactants, such as amphoteric surfactants, such as lecithin, an anionic surfactant, and a cationic surfactant, and the oil process of a moisturizer process of amino acid treatments, such as N-long-chain acylamino acid, a collagen, etc., a higher fatty acid, a higher alcohol, ester, a wax, etc. It may blend.

### [0023]

As surfactants except a (a) component, for example, glycerol fatty acid ester and its alkylene glycol addition product, polyglyceryl fatty acid ester and its alkylene glycol addition product, propylene glycol fatty acid ester and its alkylene glycol addition product, sorbitan fatty acid ester and its alkylene glycol addition product, fatty acid ester and its alkylene glycol

ステル及びそのアルキレングリコール付加物、ソルビタン脂肪酸エステル及びそのアルキレングリコール付加物、ソルビトルの脂肪酸エステル及びそのアルキレングリコール付加物、ポリアルキレングリコール脂肪酸エステル、ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン系界面活性剤等の非イオン性界面活性剤類、ステアリン酸、ラウリン酸のような脂肪酸及びそれらの無機及び有機塩、アルキルベンゼン硫酸酸塩、アルキルスルホン酸塩、 $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩、ジアルキルスルホコハク酸塩、 $\alpha$ -スルホ化脂肪酸塩、アシルメチルタウリン塩、N-メチル-N-アルキルタウリン塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸塩、アルキル磷酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル磷酸塩、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル磷酸塩、N-アシルアミノ酸塩、N-アシル-N-アルキルアミノ酸塩等の陰イオン性界面活性剤類、アルキルアミン塩、ポリアミン及びアルカノルアミン脂肪酸誘導体、アルキル四級アンモニウム塩、環式四級アンモニウム塩等の陽イオン性界面活性剤類、レシチン、N, N-ジメチル-N-アルキル-N-カルボキシルメチルアンモニウムベタイン等の両性界面活性剤類等が挙げられ、これらを一種又は二種以上を用いることができる。

addition product of sorbitol, polyalkylene glycol fatty acid ester, nonionic surfactants, such as a polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane type|system|group surfactant, fatty acids like a stearic acid and lauric acid, those inorganic and organic salts, an alkylbenzene sulfuric acid salt, an alkyl sulfonate, (alpha)- olefin sulfonate, a dialkyl sulfo succinic acid salt, (alpha)-sulfonated fatty acid salt, an acyl methyl taurine salt, an N-methyl- N-alkyl taurine salt, anionic surfactants, such as a polyoxyethylene alkyl ether sulfate, a polyoxyethylene alkylphenyl ether sulfate, an alkyl phosphate, a polyoxyethylene alkyl ether phosphate, a polyoxyethylene alkylphenyl ether phosphate, a N-acylamino acid salt, and an N-acyl- N-alkyl amino acid salt

cationic surfactants, such as an alkylamine salt, a polyamine and an alkanol amine fatty acid derivative, alkyl quaternary ammonium salt, and a cyclic quaternary ammonium salt amphoteric surfactants, such as lecithin and N,N-dimethyl- N-alkyl- N-carboxyl methyl ammonium betaine, are mentioned. One or two kinds of these can be used.

## 【0024】

(b) 及び (c) 成分以外の油としては、例えば、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルハイドロジェンポリシロキサン、フッ素変性シリコーン等の不揮発性シリコーン油、オリーブ油、ヒマシ油、ホホバ油、ミンク油等の油脂類、流動パラフィン、スクワラン、ワセリン、ポリインブチレン、ポリブテン等の炭化水素類、セチルイソオクタネート、ミリスチン酸イソプロピル、トリオクタン酸グリセリル、トリイソステアリン酸ジグリセリル、ジペンタエリトリット脂肪酸エステル等のエステル類、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ラノリンアルコール等のラノリン誘導体、N-ラウロイル-L-グルタミン酸ジ(コレステリル・ベヘニル・オクチルドデシル)等のアミノ酸誘導体油類、パーフルオロポリエーテル、パーフルオロデカン、パーフルオロオクタン等のフッ素系油剤類等が挙げられ、これらを一種又は二種以上を用いることができる。

## 【0025】

油ゲル化剤としては、デキストリン脂肪酸エステル、蔗糖脂肪酸エステル、デンプン脂肪酸エステル、12-ヒドロキシステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸カルシウム、疎水性煙霧状無水ケイ酸、有機変性ベントナイト、架橋オルガノポリシロキサン等が挙げられ、これらを一種又は二種以上を用いること

## [0024]

As oil except a (b) and (c) components, for example, non volatile silicone oils, such as a dimethyl polysiloxane, a methylphenyl polysiloxane, a methyl hydrogen polysiloxane, and a fluorine modified silicone, Fats and oils, such as olive oil, a castor oil, a jojoba oil, and mink oil hydrocarbons, such as a liquid paraffin, squalane, vaseline, a polyisobutylene, and a polybutene, ester, such as a cetyl isoctanate, an isopropyl myristate, a tri octanoic acid glyceryl, triiso stearic acid diglyceryl, and dipentaerythritol fatty acid ester, Lanolin derivatives, such as a lanolin fatty acid isopropyl and a lanoline alcohol, Amino acid derivative oil, such as an N-lauroyl- L- glutamic acid di(cholesteryl \* behenyl \* octyl dodecyl), and fluorine type|system|group oil substances, such as a perfluoro polyether, a perfluoro decane, and a perfluorooctane, are mentioned.

One or two kinds of these can be used.

## [0025]

As an oil gelatinizer, dextrin fatty acid ester, cane sugar fatty acid ester, starch fatty acid ester, 12-hydroxy aluminum stearate, a calcium stearate; a hydrophobic smog-like silicic acid anhydride, the organic modified bentonite, cross-linking organo-polysiloxane, etc. are mentioned.

one or two kinds of these can be used.

ができる。

**[0026]**

紫外線吸収剤としては、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン-5-スルホン酸、2-ヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン-5-スルホン酸ナトリウム、2, 2'-ジヒドロキシ-4, 4'-ジメトキシベンゾフェノン、2, 2'-ジヒドロキシ-4, 4'-ジメトキシベンゾフェノン-5-スルホン酸ナトリウム、2, 4-ジヒドロキシベンゾフェノン、2, 2' 4, 4'-テトラヒドロキシベンゾフェノン、2, 4, 6-トリアニリノ-p-(カルボ-2'-エチルヘキシル-1'-オキシ)-1, 3, 5-トリアジン等のベンゾフェノン系、サリチル酸-2-エチルヘキシル、サリチル酸フェニル、サリチル酸ホモメンチル等のサリチル酸系、パラアミノ安息香酸、パラアミノ安息香酸エチル、パラアミノ安息香酸グリセリル、パラジメチルアミノ安息香酸アミル、パラジメチルアミノ安息香酸アミル-2-エチルヘキシル、パラジヒドロキシプロピル安息香酸エチル等のPABA系、p-メトキシ桂皮酸-2-エチルヘキシル、4-メトキシ桂皮酸-2-エトキシエチル等のシンナメート系、2-(2-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)ベンゾトリゾール、4-tert-4'-メトキシジベンゾイルメタン等のジベンゾイルメタン系、オ

**[0026]**

As a ultraviolet absorber, benzophenones, such as 2-hydroxy- 4-methoxy benzophenone, a 2-hydroxy- 4-methoxy benzophenone- 5- sulfonic acid, 2-hydroxy- 4-methoxy benzophenone- 5-sodium sulphonate, and 2,2'- dihydroxy- 4,4'-dimethoxy benzophenone, 2,2'- dihydroxy- 4,4'-dimethoxy benzophenone- 5- sodium sulphonate, 2,4- dihydroxy benzophenone, 2, 2'4,4'- tetra hydroxy benzophenone, 2,4,6- tri anilino- p- (cull bow 2'- ethyl hexyl- 1'-oxy)-1, 3,5- triazine, salicylic acid type|system|groups, such as a salicylic acid-2-ethylhexyl, phenyl salicylate, and a salicylic acid homomenthyl, PABAs, such as a p aminobenzoic acid, a para amino ethyl benzoate, a p aminobenzoic acid glyceryl, a para dimethylaminobenzoic acid amyl, a para dimethylaminobenzoic acid amyl-2-ethylhexyl, and a para dihydroxy propyl ethyl benzoate, cinnamates, such as a p- methoxy cinnamic acid-2-ethylhexyl and a 4-methoxy cinnamic acid-2-ethoxyethyl, dibenzoylmethanes, such as 2-(2-hydroxy- 5-methylphenyl) benzotriazole and a 4-tert-4'-methoxy dibenzoylmethane, oxybenzones, and dimethoxy benzylidene (di) oxoimidazolidine propionic acid-2-ethylhexyl are mentioned. More than one or two kinds can be combined, and these can be used.

キシベンゾン系、ジメトキシベンジリデンジオキソイミダゾリシンプロピオン酸-2-エチルヘキシルが挙げられ、これらを一種又は二種以上を組み合わせて用いることができる。

## 【0027】

本発明の固形状油中水型化粧料は、例えば、メーキャップ化粧料、スキンケア化粧料、頭髪化粧料等が挙げられるが、特に、ファンデーションや下地等のメーキャップ化粧料、日焼け止め料等のスキンケア化粧料において効果が発揮されやすい。

## 【0028】

## 【実施例】

次に実施例を挙げ、本発明をさらに説明するが、本発明はこれによって限定されるものではない。

## 【0029】

実施例1～8及び比較例1～3表1に示す組成のコンパクトタイプ油中水型ファンデーションを調製し、皿容器への充填成形性、経時安定性、及びこのファンデーションを使用した時の、塗布時の清涼感と潤い感、塗布後の化粧持続性の各官能評価項目について、下記方法及び判定基準により評価し、結果を表1に併せて示した。

## 【0030】

## 【表1】

## [0027]

As for the solid form water-in-oil cosmetics of this invention, makeup cosmetics, skin care cosmetics, hair cosmetics, etc. are mentioned, for example.

However, in skin care cosmetics, such as makeup cosmetics, such as foundation and a foundation, and the sunscreen, an effect is in particular easy to be demonstrated.

## [0028]

## [Example]

Next an Example is given.

This invention is explained further.

However, this invention is not limited by this.

## [0029]

Examples 1-8 and Comparative Example 1-3 Compact type water-in-oil foundation of a composition shown in Table 1 is prepared. About each sensory evaluation item of the filling\_and\_forming\_properties to a dish vessel, time-dependent stability, and refrigerant and moistening\_sense at the time of using this foundation, and the time of an application, the cosmetic sustainability after an application, the following method and the criterion evaluate.

The result was collectively shown in Table 1.

## [0030]

## [Table 1]

成分	実施例								比較例			
	1	2	3	4	5	6	7	8	1	2	3	
1 長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン 変性オルガノポリソクサン(注1)	0.08	2.0	5.0	10.0	---	5.0	5.0	5.0	---	5.0	---	
2 長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン 変性オルガノポリソクサン(注2)	---	---	---	---	5.0	---	---	---	---	---	---	
3 ポリオキシアルキレン 変性オルガノポリソクサン(注3)	---	---	---	---	---	---	---	---	5.0	---	---	
4 テカメチルシクロヘンタシロキサン	8.0	5.0	10.0	20.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	
5 オクタメチルシクロヘンタシロキサン	---	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	
6 ジメチルホリシロキサン(5cs)	---	---	---	5.0	---	---	---	---	---	---	---	
7 セレシンワックス	3.0	5.0	5.0	10.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	
8 フィクロクリスチルワックス	---	---	1.5	---	---	---	---	---	---	---	---	
9 ミブロウ	---	---	1.5	---	3.0	---	---	---	---	---	---	
10 トリペーハ酸ゲリセリン	---	---	---	5.0	5.0	---	---	---	---	---	---	
11 流動パラフィン	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	10.0	5.0	
12 トリオクタン酸ゲリセリン	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	
13 メチルフェニルホリシロキサン	10.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	13.0	3.0	
14 レジチン	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	
15 デキストリン脂肪酸エステル	---	---	---	0.2	---	---	---	---	---	---	---	
16 シリコーン処理酸化チタン	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	
17 ベンガラ	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	
18 黄色酸化鉄	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	
19 黒酸化鉄	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	
20 リコー処理ターキ(平均粒径 5μ)	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	
21 多孔質球状無水ケ酸(平均粒径 3μ)	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	
22 精製水	残量											
23 1,3-ブチレンジコール	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	
24 グリセリン	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	
25 ポリエチレンジコール(Mw=2000)	---	1.0	---	---	---	---	2.0	---	---	---	---	
26 塩化ビトリウム	---	---	0.2	---	---	---	---	---	---	---	---	
27 キサンタムガム	---	---	---	0.04	---	---	0.1	---	---	---	---	
28 クエン酸ナトリウム	---	---	---	---	0.1	---	---	---	---	---	---	
29 グリセリン酸ナトリウム	---	---	---	---	0.1	---	---	---	---	---	---	
30 プロース	---	---	---	---	---	0.1	0.2	---	---	---	---	
31 保湿剤(植物抽出液)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	
32 パラオキシ安息香酸ナトリウム	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	
《評価項目》		実施例								比較例		
		1	2	3	4	5	6	7	8	1	2	3
充填成形性	○	○	○	○	○	○	○	○	△	○	×	
経時安定性	○	○	○	○	○	○	○	○	△	△	×	
清涼感	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○	
潤い感	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△	
化粧持続性	○	○	○	○	○	○	○	○	△	△	×	

Row (L to R): Componet, Example 1-8, Comparative example 1-3

Column: Long-chain alkyl -containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane (note1), Long-chain alkyl -containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane (note2), Alkyl -containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane (note 3), decamethyl cyclopentasiloxane, Octamethyl

cyclotetrasiloxane, Dimethyl polysiloxane, cerecin wax, micro crystalline wax, beeswax, tri behenic acid glyceryl, liquid paraffin, trioctanoate glyceryl, methyl phenyl polysiloxane, lecithin, dextrin fatty acid ester, silicon-treated titanium oxide, red iron oxide, yellow ferric oxide, black ferric oxide, silicon-treated talc (average diameter), porous spherical silicic anhydride, purified water, 1,3-butylene glycol, glycerin, polyethyleneglycol, Sodium chloride, xanthan gum, sodium citrate, sodium glutamate, maltose, moisturizing agent (plant extract), methyl parahydroxybenzoate,

purified water: Balance

Evaluation item, Example 1-8, Comparative 1-3

Filling and forming properties, Time-dependent stability, Refrigerant, moisturing sense, sustainability of making-up

**[0031]**

注1：アビルEM-90（ゴールドシュミット社製）

注2：一般式(3)で示されるシリコーン化合物

**[0031]**

Notes 1: ABIL EM-90 (made by a gold Schmitt company)

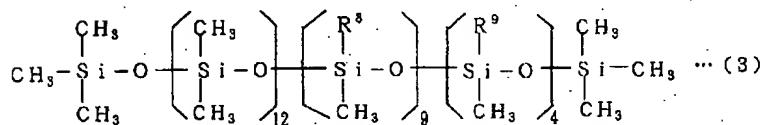
Notes 2: The silicone compound shown by general formula (3)

**[0032]**

**[0032]**

**[化1]**

**[COMPOUND 1]**



**[0033]**

但し、式中のR<sup>8</sup>は-C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>3</sub>C<sub>18</sub>H<sub>35</sub>

R<sup>9</sup>は-C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>9</sub>Hを示す。

注3：シリコーンKF6017

**[0033]**

However in the formula, R8 is -C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>3</sub>C<sub>18</sub>H<sub>35</sub>.

R9 shows -C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>9</sub>H.

Notes 3: Silicone KF6017 (made by the Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. company)

(信越化学工業社製)

## 【0034】

(調製方法)

- A : 7～15を混合溶解する。  
 B : Aに1～6及び16～21を混合分散する。  
 C : 22～32を混合する。  
 D : BにCを加えて混合分散し、油中水型ファンデーションバルクを得た。

## 【0035】

(皿容器への充填方法及び充填成形性の評価方法) 実施例1～8及び比較例1～3の上記調製方法により得られた油中水型ファンデーションバルクを、70°Cに加熱した後、脱泡し、コンパクト容器に流し込み、室温まで冷却してコンパクトタイプ油中水型ファンデーションを得た。この時、充填成形性の評価として、加熱した時のバルクの流動性、容器内でのバルクの広がり性、冷却時の表面状態（亀裂や色ムラの有無）を目視にて観察し、下記判断基準により評価した。

判断基準 :

- ◎ : 流動性、広がり性、表面状態の全ての項目が問題無し
- : 流動性、広がり性、表面状態の何れか一つの項目で若干の問題があるが、全体として許容できる水準
- △ : 流動性、広がり性、表面状態の何れか一つの項目での問題があり、全体として許容できない水準
- × : 流動性、広がり性、表面状態で複数の項目で問題がある

## [0034]

(Preparation method)

- A: Mix-dissolve 7-15.  
 B: mixed and disperse 1-6, and 16-21 with A.  
 C: Mix 22-32.  
 D: Add C to B and mix and disperse it. The water-in-oil foundation bulk was obtained.

## [0035]

(The filling method to a dish vessel, and the evaluation method of filling\_and\_forming\_properties) After heating the water-in-oil foundation bulk obtained by the above preparation method of Examples 1-8 and Comparative Example 1-3 at 70 degree C, it is degassed. It pours into a compact vessel. It cools to a room temperature. Compact type water-in-oil foundation was obtained.

At this time, as evaluation of filling\_and\_forming\_properties, the fluidity of the bulk when heating, spreading property of the bulk within a vessel, surface condition at the time of cooling (existence of a crack or a color nonuniformity) are observed by the visual-observation.

The following judgment reference standard evaluated.

Decision reference standard :

Double circle: All the items of a fluidity, spreading property, and surface condition are problem.

Circle : There is some problem in any one of a fluidity, spreading property, and surface condition.

However, a level permissible as a whole  
 DELTA : There is an any one of a fluidity, spreading property, and surface condition or a problem in one item.

A level nonpermissible as a whole

\* : There is a problem by several item in the state of a fluidity, spreading property, and the surface.

## 【0036】

(経時安定性評価方法) 実施例1～8及び比較例1～3の上記調製方法により得られた油中水型ファンデーションバルクを、70℃に加熱して脱泡した後、密閉ガラス瓶に全容量の半量を流し込み、室温まで冷却し、これを5℃、40℃、50℃の各温度にて保管する。50℃保管品は一昼夜後、室温に戻し、ガラス瓶の空間部分及びバルク表面を観察し水分の結露具合を下記判断基準に従って評価する。また、5℃、40℃保管品については、1ヶ月まで外観状態の変化を下記判断基準に従って評価する。

## 判断基準：

◎：50℃品での水分の結露が全く無く、5℃、40℃品の変化が全く無い

○：50℃品で水分の結露が僅かに有るが、許容できる水準であり、5℃、40℃品の変化が無い

△：50℃品で水分の結露が僅に有り、5℃、40℃品の変化も有り、許容できない水準である

×：50℃品で水分の結露及び、5℃、40℃品の変化において共に問題あり

## [0036]

(The time-dependent stability evaluation method) The water-in-oil foundation bulk obtained by the above preparation method of Examples 1-8 and Comparative Example 1-3 is heated at 70 degree C. After degassing, the half amount of full capacity is poured into a sealing glass bottle.

It cools to a room temperature.

This is stored at each temperature of 5 degree C, 40 degree C, and 50 degree C. The 50 degree C storage goods are returned to a room temperature after overnight.

The space part and the bulk surface of a glass bottle are observed, and dewing formation condition of water content is evaluated according to the following judgment reference standard.

Moreover, about 5 degree C and the 40 degree C storage goods, a change of appearance condition is evaluated till 1 month according to the following judgment reference standard.

## Decision reference standard :

Double circle : There is completely no dewing formation of the water content in the 50 degree C goods. There is completely no change of the 5 degree C and 40 degree C goods.

Circle : There is dewing formation of water content slightly in the 50 degree C goods.

However, it is a permissible level.

There is no change of the 5 degree C and 40 degree C goods. DELTA : The dewing formation of water content is an existence slightly with the 50 degree C goods.

There is a change of the 5 degree C and 40 degree C goods. It is a nonpermissible level.

\*: In the 50 degree C goods, it is the dewing formation of moisture. And there is a problem in the change of the 5 degree C and 40 degree C goods.

## 【0037】

(ファンデーションを使用した時の官能評価方法) 実施例1～8及び比較例1～3のコンパク

## [0037]

(The sensory evaluation method when using foundation) 40 cosmetics special usage panels are made to use compact type water-in-

トタイプ油中水型ファンデーションを化粧品専門使用パネル40人に使用してもらい、塗布時の清涼感と潤い感、塗布後の化粧持続性の各項目について、良いと感じた人数により、以下の官能評価基準に従って評価した。

**判断基準：**

良いと感じた人数

31～40名	: ◎
21～30名	: ○
11～20名	: △
10名以下	: ×

**[0038]**

充填成形性の評価、経時安定性及びファンデーションを使用した時の官能評価の結果を併せて、表1に示した。

**[0039]**

表1から明らかなように、実施例1～8のコンパクトタイプ油中水型ファンデーションは比較例と比べ、皿容器への充填成形性と経時安定性が良好であり、且つ、このファンデーションを使用した時の、塗布時の清涼感と潤い感、塗布後の化粧持続性の総ての項目に優れたものであった。

**[0040]**

実施例9：コンパクト日焼け止め料

(　処方　)	(重量%)	
1. 長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン		
変性オルガノポリシロキサン (注4) 10		

oil foundation of Examples 1-8 and Comparative Example 1-3. About each item of the refrigerant at the time of an application, the moistening\_sense, and the cosmetic sustainability after an application, it evaluated by the number of panelists who feel good according to the following sensory evaluation reference standards.

Decision reference standard :

The number of people who sense that it was good

31-40 persons	: Double circle
21-30 persons	: Circle
11-20 persons	: DELTA
10 or less persons	: *

**[0038]**

The result of the sensory evaluation when using evaluation, the time-dependent stability and the foundation of filling\_and\_forming\_properties was combined, and was shown in Table 1.

**[0039]**

Table 1 shows that the compact type water-in-oil foundation of Examples 1-8 has the favorable filling\_and\_forming\_properties to a dish vessel, and the time-dependent stability comparing with Comparative Example.

And, it excelled in all the items of refrigerant and moistening\_sense at the time of an application when using this foundation, and the cosmetic sustainability after an application.

**[0040]**

Example 9 : a compact sunscreen (prescription) (weight %)

1. Long-chain alkyl -containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane (notes 4) 3
2. Deca methyl cyclopenta siloxane Ten
3. Octamethylcyclo tetrasiloxane

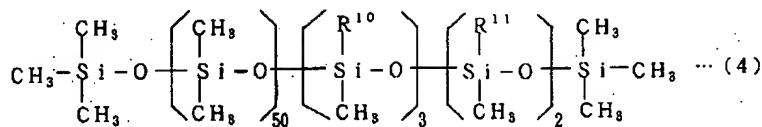
3		4.	Rosin acid	pentaerythritol	ester
2.	デカメチルシクロペンタ シロキサン	2.			
10		5.	Paraffine wax	3	
	3. オクタメチルシクロテトラ シロキサン	6.	Polyethylene wax		
10		Three			
	4. ロジン酸ペントエリトリ ツトエステル	7.	Para methoxy cinnamic acid 2-ethylhexyl		
2		6			
	5. パラフィンワックス	8.	4-tert-4'-methoxy dibenzoylmethane		
3		1			
	6. ポリエチレンワックス	9.	Cetyl isoocantanate	5	
3		10.	Sorbitan sesqui oleic acid		
	7. パラメトキシ桂皮酸 2-エチルヘキシル	2			
6		11.	Purified water		
	8. 4-tert-4'-メトキシジベンゾイルメタン	balance			
1		12.	1, 3-butylene glycol	10	
5		13.	Alkyl addition carboxy vinyl polymer (notes 5)	0.3	
10.	ソルビタンセスキオレイン	14.	Sodium chloride	0.2	
	酸		Notes 4: The silicone compound shown by the general formula (4)		
2					
1	1. 精製水				
残量					
12.	1, 3-ブチレングリコール				
10					
13.	アルキル付加カルボキシビニルポリマー (注 5)				
0.3					
14.	塩化ナトリウム				
0.2					
	注 4: 一般式 (4) で示されるシリコーン化合物				

【0041】

[0041]

【化2】

[COMPOUND 2]

**[0042]**

但し、式中のR<sup>10</sup>は-C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>20</sub>C<sub>18</sub>H<sub>37</sub>  
 R<sup>11</sup>は-CH<sub>2</sub>CH(CH<sub>3</sub>)CH<sub>2</sub>O(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>30</sub>CH<sub>3</sub>を示す。  
 注5：ペミュレンTR-1（B.F.グッドリッチ社製）

## (調製方法)

- A : 4～10を混合溶解する。
- B : Aに1～3を混合する。
- C : 11～14を混合する。
- D : BにCを加えて混合分散する。
- E : Dを70℃に加熱し、脱泡後、樹脂皿に流し込み、室温まで冷却して、コンパクト日焼け止め料を得た。

**[0043]**

実施例9のコンパクト日焼け止め料は、皿容器への充填成形性と経時安定性が良好であり、且つ、このファンデーションを使用した時の、塗布時の清涼感と潤い感、塗布後の化粧持続性の全ての項目に優れたものであった。

**[0044]**

実施例10：スティック状油中水型口紅  
 ( 成 分 )

**[0042]**

however in the formula, R10 is -C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)<sub>20</sub>C<sub>18</sub>H<sub>37</sub>

R11 shows -CH<sub>2</sub>CH(CH<sub>3</sub>)CH<sub>2</sub>O(C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O)<sub>30</sub>CH<sub>3</sub>.

Notes 5: Pemulen TR-1 (made by a BF. good rich company)

## (Preparation method)

A: Mix-dissolve 4-10.

B: Mix 1-3 to A.

C: Mix 11-14.

D: Add C to B, and mix and disperse.

E: Heat D at 70 degree C. It pours into a resin dish after a degassing. It cools to a room temperature.

The compact sunscreen was obtained.

**[0043]**

The compact sunscreen of Example 9 has the filling\_and\_forming\_properties to a dish vessel, and the favorable time-dependent stability.

And, it excelled in all the items of refrigerant and moistening\_sense at the time of an application when using this foundation, the cosmetic sustainability after an application.

**[0044]**

Example 10: Stick-like water-in-oil lipstick  
 (Component)  
 (weight %)  
 1. Micro crystalline wax 9

(重量%)	2. Candelilla wax	6
1. マイクロクリスタリンワ クス ツ 9	3. Paraffine 5	wax
2. キャンデリラワックス 6	4. Triiso stearic acid diglyceryl 10	
3. パラフィンワックス 5	5. N-lauroyl- L- glutamic acid diester (notes 6) 5	
4. トライソステアリン酸ジ グリセリル 10	6. Hexa green tri stearate One	
5. N-ラウロイル-L-グ ルタミン酸ジエステル (注 6) 5	7. Deca methyl cyclopenta siloxane 20	
6. ヘキサグリントリステア レート 1	8. Octamethylcyclo tetrasiloxane 10	
7. デカメチルシクロペンタ シロキサン 20	9. Trimethyl methoxy silicic acid solution (notes 7) 5	
8. オクタメチルシクロテト ラシロキサン 10	10. Long-chain alkyl -containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane (notes 2) 5	
9. トリメチルメトキシケイ 酸 溶 液 (注 7) 5	11. Perfluoro alkyl phosphoric acid ester process titanium oxide 5	
10. 長鎖アルキル含有ポリオ キシアルキレン 変性オルガノポリシロキ サン (注 2) 5	12. Perfluoro alkyl phosphate process red of number 226 2	
11. パールフオロアルキルリ ン酸エステル処理酸化チタン 5	13. Perfluoro alkyl phosphate process yellow of number 4 0.5	
12. パーフルオロアルキルリ ン酸エステル処理赤色 226 号 2	14. Spherical organo-polysiloxane Elastomer powder (average particle diameter 2 microns//micro-) 3	
13. パーフルオロアルキルリ ン酸エステル処理黄色 4 号 0.5	15. Purified water balance	
14. 球状オルガノポリシロキ サン	16. Dipropylene glycol 10 17. Fragrance Suitable quantity	
	Notes 6: "elldue" CL301 (made by Ajinomoto Co., Ltd)	
	Notes 7: KF7312silicone J (made by the Shin- Etsu Chemical Co., Ltd. company) (Preparation method)	
	A: Mix-dissolve 1-6. B: Mix 7-14 to A. C: Mix 15-17. D: Add C to B and mix and disperse. E: Heat D at 70 degree C. It pours into a stick vessel after a degassing. It cools to a room temperature. The stick-like water-in-oil lipstick was obtained.	

エラストマーパウダー  
 (平均粒子径 2 μ)  
 3  
 1 5 . 精 製 水  
 残量  
 16. ジプロピレングリコール  
 10  
 1 7 . 香 料  
 適量

注6：エルデューセル301  
 (味の素社製)

注7：シリコーンKF731  
 2J(信越化学工業社製)  
 (調製方法)

- A : 1 ~ 6 を混合溶解する。
- B : Aに7 ~ 14を混合する。
- C : 15 ~ 17を混合する。
- D : BにCを加えて混合分散する。
- E : Dを70℃に加熱し、脱泡後、スティック容器に流し込み、室温まで冷却して、スティック状油中水型口紅を得た。

#### 【0045】

実施例10のスティック状油中水型口紅は、容器への充填成形性と経時安定性が良好であり、且つ、このファンデーションを使用した時の、塗布時の清涼感と潤い感、塗布後の化粧持続性の総ての項目に優れたものであった。

#### 【0046】

実施例11：スティックコンシーラー  
 (重量%)  
 1. キャンデリラワックス  
 4  
 2. パラフィンワックス  
 10  
 3. ディペントエリソルト脂肪酸エステル  
 4. メチキシロキサン (10CS)  
 5. トリイソステアリック酸ジグリセリル

#### [0045]

The stick-like water-in-oil lipstick of Example 10 has the filling\_and\_forming\_properties to a vessel, and the favorable time-dependent stability.

And, it excelled in all the items of refrigerant and moistening\_sense at the time of an application when using this foundation, the cosmetic sustainability after an application.

#### [0046]

Example 11: Stick con sealer (weight %)

- |                                       |   |
|---------------------------------------|---|
| 1. Candelilla wax                     | 4 |
| 2. Paraffine wax                      | 1 |
| 3. Dipentaerythritol fatty acid ester |   |
| Three                                 |   |
| 4. Methyopolysiloxane (10CS)          |   |
| 5. Triiso stearic acid diglyceryl     |   |

3.	ジペンタエリトリット脂 肪 酸 エ ス テ ル	10	6. Deca methyl cyclopenta siloxane
3		5	
4.	メチルポリシロキサン(1 0 C S )	1	7. Octamethylcyclo tetrasiloxane Five
10		1	8. Long-chain alkyl -containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane (notes 1) 5)
5.	トリイソステアリン酸ジ グ リ セ リ ル	10	9. Diglycerine diiso stearic acid 2
10		10. Vitamin E 0.1	
6.	デカメチルシクロペンタ シ 口 キ サ ン	5	11. Perfluoro polyether process titanium oxide 15
5		12. Talc	5
7.	オクタメチルシクロテト ラ シ 口 キ サ ン	5	13. Red ocher
5		14. Yellow iron oxide	1
8.	長鎖アルキル含有ポリオ キシアルキレン 変性オルガノポリシロキ サン (注 1)	5	Two
5		15. Black iron oxide	0.5
9.	ジグリセリンジイソステ ア リ ン 酸	2	16. Spherical cross-linking polymethylmethacrylate (6 microns//micro-) 5
10.	ビタミン E	1.0	17. Purified water balance
0.1		18. Carrageenan	0.2
11.	パーカルオロポリエーテ ル 处理酸化チタン	1.5	19. Paraoxy methyl benzoate
1.5		20. Sodium chloride (Preparation method)	0.2
1.2.	タルク	1.5	A: Mix-dissolve 1-5. B: Mix 6-16 to A. C: Mix 17-20.
5		1.3.	D: Add C to B and mix and disperse. E: Heat D at 70 degree C. It pours into a stick vessel after a degassing. It cools to a room temperature.
1.3.	ベンガラ	1	The stick con sealer was obtained.
1.4.	黄酸化鉄	1.4	
2		1.5.	
1.5.	黒酸化鉄	0.5	
0.5		1.6.	
1.6.	球状の架橋ポリメチルメ タクリレート (6 μ)	5	
5		1.7.	
1.7.	精製水	1.7	
残量		1.8.	
1.8.	カラギーナン	1.8	

0. 2

19. パラオキシ安息香酸メチル

0. 2

20. 塩化ナトリウム

0. 1

(調製方法)

A : 1 ~ 5 を混合溶解する。

B : Aに6 ~ 16を混合する。

C : 17 ~ 20を混合する。

D : BにCを加えて混合分散する。

E : Dを70°Cに加熱し、脱泡後、スティック容器に流し込み、室温まで冷却して、スティックコンシーラを得た。

**【0047】**

実施例11のスティックコンシーラは、容器への充填成形性と経時安定性が良好であり、且つ、このファンデーションを使用した時の、塗布時の清涼感と潤い感、塗布後の化粧持続性の総ての項目に優れたものであった。

**【0048】****【発明の効果】**

本発明の固形状油中水型化粧料は、コンパクト容器や金皿、スティック容器や中皿等に充填する時に、油分の不均一化や、水の蒸発が抑制されることにより、充填成形性と経時安定性に優れたものであり、更には、塗布した時に、清涼感と潤い感が良好で、塗布後の化粧持続性も良好であるという優れた官能特性を有するものである。

**[0047]**

The stick con sealer of Example 11 has the filling\_and\_forming\_properties to a vessel, and the favorable time-dependent stability.

And, it excelled in all the items of refrigerant and moistening\_sense at the time of an application when using this foundation, the cosmetic sustainability after an application.

**[0048]****[EFFECT OF THE INVENTION]**

As for the solid form water-in-oil cosmetics of this invention, when filling to a compact vessel, a metal dish, a stick vessel, an inside dish, etc., non-homogenization of an oil component and evaporation of water are suppressed. It excels in filling\_and\_forming\_properties and a time-dependent stability.

Furthermore, the refrigerant and the moistening\_sense are favorable when applying. The cosmetic sustainability after an application is also favorable. It has the outstanding organic functions characteristics.

## 【手続補正書】

## [AMENDMENTS]

## 【提出日】

平成10年9月7日

## [Filing date]

September 7th, Heisei 10

## 【手続補正1】

## [Amendment 1]

## 【補正対象書類名】

明細書

## [Document for Amendment]

Specification

## 【補正対象項目名】 請求項3

## [Item to be amended] Claim 3

## 【補正方法】 変更

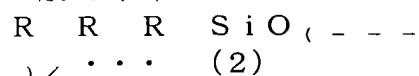
## [Method of amendment] Alteration

## 【補正内容】

## [Content of amendment]

## 【請求項3】

前記(a)成分の長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンが下記一般式(2)



[式中、Rは同一又は異なつてもよく、炭素数1～10のアルキル基、水素原子、アリール基、アラルキル基、フッ素置換アルキル基を示し、Rは-C(H)-O-(C(H)O)-(C(H)O)-Rで示される基(式中、mは1～5の整数、d、eは0以上の整数、且つ、d+e≥1～200であり、Rは水素原子若しくは炭素数1～5の一価炭化水素基又はR-(CO)-で示される有機基、Rは炭素数1～5の一価炭化水素基)であり、Rは-C(H)-O-(C(H)O)-(C(H)O)-R(式中、nは1

## [CLAIM 3]

Long-chain alkyl-containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane of the above-mentioned (a) component is the silicone compound expressed with the following general formula (2)  $R_1aR_2bR_6cSiO(4-a-b-c)/2^{***}$  (2)  
[in the formula, R1 may be the same or different and are a C1-C10 alkyl group and hydrogen atom, an aryl group, an aralkyl group, and a fluorine substituted alkyl group.

R2 is a group shown by -CmH2 m-0-(C2H4O)d-(C3H6O)e-R4

(In the formula, m is the integer of 1-5. d and e are zero or more integers.) And, it is  $d+e>=1-200$ .

R4 is a hydrogen atom or the monovalent hydrocarbon group of the carbon numbers 1-5 or the organic group shown by R5-(CO)-. R5 is the monovalent hydrocarbon group of carbon numbers 1-5).

R6 is -CnH2n-O-(C2H4O)f-(C3H6O)g-R7.  
(In the formula, n is the integer of 1-5. f and g are zero or more integers. And, it is  $f+g>=0-200$ .

R7 is the monovalent hydrocarbon group of carbon numbers 10-30).

a, b, and c are respectively  $1.0=< a=<2.5$ ,  $0.001=< b=<1.5$ , and  $0.001=< c=<1.5$ .

～5の整数、f、gは0以上の整数、且つ、 $f + g \geq 0 \sim 20$ であり、Rは炭素数10～30の一価炭化水素基)であり、a、b、cはそれぞれ1.0≤a≤2.5、0.001≤b≤1.5、0.001≤c≤1.5である。]で表わされるシリコーン化合物であることを特徴とする請求項1記載の固形状油中水型化粧料。

]

Solid form water-in-oil cosmetics of the Claim 1 characterized by the above-mentioned.

## 【手続補正2】

## [Procedural Amendment 2]

【補正対象書類名】  
明細書

[Document for Amendment]  
Specification

【補正対象項目名】 0004

[Item to be amended] 0004

【補正方法】 変更

[Method of amendment] Alteration

【補正内容】

[Content of amendment]

【0004】

[0004]

【課題を解決するための手段】  
本発明者らは上記実情に鑑み、鋭意検討を行った結果、揮発性シリコーン油と固形油とを含有する油分中に水を含有する固形状油中水型化粧料に長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンを用いることにより、化粧料をコンパクト容器や金皿、スティック容器や中皿等に充填する際に、油分の不均一化や、水の蒸発が抑制され、充填成形性と経時安定性に優れる化粧料が得られ、更には、この固形状油中水型化

## [SOLUTION OF THE INVENTION]

The present inventors examined zealously in view of the above situation.

As a result, long-chain alkyl-containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane is used for the solid form water-in-oil cosmetics which contain water in the oil component which contains an volatile silicone oil and solid oil. In the case cosmetics are filled to a compact vessel, a metal dish, a stick vessel, an inside dish, etc., non-homogenization of an oil component and evaporation of water are suppressed.

The cosmetics which are excellent in filling\_and\_forming\_properties and a time-dependent stability are obtained.

Furthermore, these solid form water-in-oil

粧料は、清涼感と潤い感が良好で、塗布後の化粧持続性も良好であるという優れた官能特性を有することを見出し本発明を完成させた。すなわち、本発明は、次の成分(a)～(d)：

- (a) 長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン
- (b) 揮発性シリコーン油
- (c) 固形油
- (d) 水性成分

を含有することを特徴とする固形状油中水型化粧料を提供するものである。更には、(e) 成分として、無機塩、水溶性高分子、有機酸又はその塩、アミノ酸又はその塩、ポリエチレングリコール、糖類から選ばれる一種又は二種以上の水分蒸発抑制剤を含有することにより、充填成形性と経時安定性が更に向上する固形状油中水型化粧料を提供するものである。

#### 【手続補正3】

【補正対象書類名】  
明細書

【補正対象項目名】 0006

【補正方法】 変更

【補正内容】

【0006】  
本発明に使用される(a)成分の長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンは、長鎖アルキル基を

cosmetics have the refrigerant and a favorable moistening sense. The cosmetic sustainability after an application is also favorable. It discovered having the outstanding organic functions characteristics, and this invention was completed.

Namely, this invention, provides the solid form water-in-oil cosmetics characterized by containing the following components (a) - (d) :

- (a) Long-chain alkyl-containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane
- (b) An volatile silicone oil
- (c) Solid oil
- (d) Aqueous component

Furthermore, as a (e) component, one or more kinds of moisture\_vaporization\_suppressor selected out of mineral salt, a water soluble polymer, an organic acid or an its salt, an amino acid or an its salt, polyethyleneglycol, and saccharides is contained. The solid form water-in-oil cosmetics filling\_and\_forming\_properties and whose time-dependent stability improve further are provided.

#### [Amendment 3]

**[Document for Amendment]**  
Specification

**[Item to be amended]** 0006

**[Method of amendment]** Alteration

**[Content of amendment]**

**[0006]**  
As long-chain alkyl-containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane of (a) component used to this invention, any thing can also be used if it is the organo-polysiloxane by which

含有する基とポリオキシアルキレン基とで共変性されたオルガノポリシロキサンであれば、いずれのものも使用することができ、中でも固形油との相溶性の観点より、好ましくは、次の一般式（1）又は（2）で表わされるものが挙げられる。

## 【手続補正4】

【補正対象書類名】  
明細書

【補正対象項目名】 0007

【補正方法】 変更

【補正内容】

the covariance was carried out by the group and the polyoxyalkylene group containing a long-chain alkyl group.

Preferably, among them, what is expressed with the following general formula (1) or (2) is mentioned from the viewpoint of the compatibility with solid oil.

## [Amendment 4]

[Document for Amendment]  
Specification

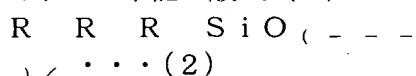
[Item to be amended] 0007

[Method of amendment] Alteration

[Content of amendment]

## 【0007】

長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンが下記一般式（2）



[式中、R は同一又は異なつてもよく、炭素数1～10のアルキル基、水素原子、アリール基、アラルキル基、フッ素置換アルキル基を示し、R は-C

$H - O - (C_2H_4O)_m - (C_2H_4O)_n - R$  で示される基  
(式中、mは1～5の整数、d、eは0以上の整数、且つ、d+e ≥ 1～200であり、R は水素原子若しくは炭素数1～5

の一価炭化水素基又はR -(CO)-で示される有機基、R は炭素数1～5の一価炭化水素基) であり、R は-C H

## [0007]

Long-chain alkyl-containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane is the silicone compound expressed with the following general formula (2)



[in the formula, R1 may be the same or different and are a C1-C10 alkyl group and hydrogen atom, an aryl group, an aralkyl group, and a fluorine substituted alkyl group.

R2 is a group shown by -CmH2 m-0-(C2H4O)d-(C3H6O)e-R4.

(In the formula, m is the integer of 1-5. d and e are zero or more integers. And, it is d+e>=1-200.

R4 is the monovalent hydrocarbon group or the organic group shown by R5-(CO)- of a hydrogen atom, or carbon numbers 1-5. R5 is the monovalent hydrocarbon group of carbon numbers 1-5).

R6 is -CnH2n-O-(C2H4O)f-(C3H6O)g-R7.  
(In the formula, n is the integer of 1-5. f and g are zero or more integers. And, it is f+g>=0-200.

$-O-(C_2H_4O)_n-C_2H_4O-$  (式中、 $n$ は1～5の整数、 $f$ 、 $g$ は0以上の整数、且つ、 $f+g \geq 0 \sim 20$ であり、 $R$ は炭素数10～30の一価炭化水素基)であり、 $a$ 、 $b$ 、 $c$ はそれぞれ $1.0 \leq a \leq 2.5$ 、 $0.001 \leq b \leq 1.5$ 、 $0.001 \leq c \leq 1.5$ である。]で表わされるシリコーン化合物。

R7 is the monovalent hydrocarbon group of carbon numbers 10-30.

$a$ ,  $b$ , and  $c$  are respectively  $1.0 \leq a \leq 2.5$ ,  $0.001 \leq b \leq 1.5$ , and  $0.001 \leq c \leq 1.5$ .

]

#### 【手続補正5】

#### [Amendment 5]

【補正対象書類名】  
明細書

[Document for Amendment]  
Specification

【補正対象項目名】 0008

[Item to be amended] 0008

【補正方法】 変更

[Method of amendment] Alteration

【補正内容】

[Content of amendment]

#### 【0008】

本発明で用いられる長鎖アルキル含有ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンは、例えば、一般式(1)で表わされるアビルEM-90、アビルB9806(共にゴールドシュミット社製)等市販されているものや、一般式(2)のシリコーン化合物(特開平04-036324、特開平09-059386記載のもの)を挙げることができ、これらを必要に応じて一種又は二種以上を用いることができる。

#### [0008]

Long-chain alkyl-containing polyoxyalkylene modified organo-polysiloxane used with this invention, is commercially available, such as for example, ABIL EM-90 expressed with general formula (1), ABIL B9806 (both made in a gold Schmitt company). The silicone compound of general formula (2) (Unexamined Japanese Patent 04-036324 and Unexamined Japanese Patent 09-059386 description) can be mentioned.

One or two kinds of these can be used depending on necessity.

#### 【手続補正6】

#### [Amendment 6]

【補正対象書類名】  
明細書

[Document for Amendment]  
Specification

【補正対象項目名】 0043

[Item to be amended] 0043

【補正方法】 変更

[Method of amendment] Alteration

【補正内容】

[Content of amendment]

**【0043】**

実施例9のコンパクト日焼け止め料は、皿容器への充填成形性と経時安定性が良好であり、且つ、このコンパクト日焼け止め料を使用した時の、塗布時の清涼感と潤い感、塗布後の化粧持続性の総ての項目に優れたものであった。

**[0043]**

The compact sunscreen of Example 9 has the filling\_and\_forming\_properties to a dish vessel, and the favorable time-dependent stability.

And, it excelled in all the items of refrigerant and moistening\_sense at the time of an application when using this compact sunscreen, the cosmetic sustainability after an application.

【手続補正7】

[Amendment 7]

【補正対象書類名】  
明細書

[Document for Amendment]  
Specification

【補正対象項目名】 0045

[Item to be amended] 0045

【補正方法】 変更

[Method of amendment] Alteration

【補正内容】

[Content of amendment]

**【0045】**

実施例10のスティック状油中水型口紅は、容器への充填成形性と経時安定性が良好であり、且つ、このスティック状油中水型口紅を使用した時の、塗布時の清涼感と潤い感、塗布後の化粧持続性の総ての項目に優れたものであった。

**[0045]**

The stick-like water-in-oil lipstick of Example 10 has the filling\_and\_forming\_properties to a vessel, and the favorable time-dependent stability.

And, it excelled in all the items of refrigerant and moistening\_sense at the time of an application when using this stick-like water-in-oil lipstick, the cosmetic sustainability after an application.

**【手続補正 8】****[Amendment 8]****【補正対象書類名】**

明細書

**[Document for Amendment]**

Specification

**【補正対象項目名】 0047****[Item to be amended] 0047****【補正方法】 変更****[Method of amendment] Alteration****【補正内容】****[Content of amendment]****【0047】**

実施例11のスティックコンシーラは、容器への充填成形性と経時安定性が良好であり、且つ、このスティックコンシーラを使用した時の、塗布時の清涼感と潤い感、塗布後の化粧持続性の総ての項目に優れたものであった。

**[0047]**

The stick con sealer of Example 11 has the filling\_and\_forming\_properties to a vessel, and the favorable time-dependent stability.

And, it excelled in all the items of refrigerant and moistening\_sense at the time of an application when using this stick con sealer, the cosmetic sustainability after an application.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**